

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Janko Levačić

Zagreb, 2017.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Davor Zvizdić, dipl. ing.
dr. sc. Danijel Šestan, dipl. ing.

Student:

Janko Levačić

Zagreb, 2017.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentoru prof.dr.sc. Davoru Zvizdiću, dipl.ing. te dr.sc. Danijelu Šestanu, dipl.ing na ukazanom znanju i pruženoj pomoći tijekom izrade ovog završnog rada.

Također bih se zahvalio i svojim kolegama na pruženoj podršci i pomoći tijekom provedbe mjerenja i izrade rada.

Janko Levačić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
procesno-energetski, konstrukcijski, brodstrojarski i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Janko Levačić**

Mat. br.: 0035194948

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje visokotemperaturne termometrijske peći**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing of high-temperature thermometric furnace**

Opis zadatka:

Potrebno je projektirati i provesti postupak ispitivanja visokotemperaturne termometrijske peći u kojoj će se provoditi usporedbeno umjeravanje termoparova u području od 600°C do 1100°C. Potrebno je odrediti prostorne temperaturne gradijente, stalnosti temperature i dinamiku zagrijavanja te ih prikazati kao sastavnice koje doprinose procjeni ukupne mjerne nesigurnosti umjeravanja. Za ispitivanje će se koristiti postojeće mjerne linije u Laboratoriju za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (FSB-LPM). Potrebno je:

- Izraditi pregled teorijskih osnova za ispitivanja termometrijskih peći.
- Opisati postupak za procjenu mjerne nesigurnosti, kako samog ispitivanja tako i utjecaja rezultata na ukupnu mjernu nesigurnost usporedbenog umjeravanja termoparova.
- Definirati ispitni postupak za određivanje horizontalnih i vertikalnih gradijenata temperature, stalnosti i dinamike zagrijavanja.
- Sastaviti mjernu liniju za ispitivanje koristeći postojeće uređaje i pomoćnu opremu koja je na raspolaganju u FSB-LPM. Dati opis sheme spajanja ispitnog sustava sa pomoćnim uređajima.
- Izraditi opis postupka ispitivanja.
- Priložiti primjere u obliku rezultata ispitivanja sa procijenjenim doprinosima termometrijske peći ukupnoj mjernoj nesigurnosti usporedbenog umjeravanja termoparova.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

30. studenog 2016.

Rok predaje rada:

1. rok: 24. veljače 2017.

2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2017.

3. rok: 22. rujna 2017.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 27.2. - 03.03. 2017.


2. rok (izvanredni): 30. 06. 2017.

3. rok: 25.9. - 29. 09. 2017.

Zadatak zadao:


Prof. dr. sc. Davor Zvizdić

Predsjednik Povjerenstva:


Prof. dr. sc. Igor Balen

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA	V
SAŽETAK.....	VI
SUMMARY	VII
1. UVOD.....	1
2. TEORIJSKE OSNOVE	2
2.1. Termometri.....	2
2.1.1. Kratka povijest termometra.....	3
2.2. Termoparovi.....	4
2.2.1. Izvedbe termoparova.....	5
2.2.2. Metode mjerenja termoparovima	5
2.2.2.1. Metoda otklona	5
2.2.2.2. Metoda kompenzacije	6
2.2.2.3. Metoda direktnog očitavanja	6
2.3. Temperatura	7
2.3.1. Temperaturne skale	7
2.3.1.1. Kelvinova temperaturna skala.....	8
2.3.1.2. Celzijeva temperaturna skala	10
2.4. Umjeravanje	10
2.4.1. Umjeravanje – općenito	10
2.4.2. Usporedbeno umjeravanje.....	11
2.4.2.1. Postupak.....	11
2.5. Zona kontrolirane temperature	12
3. PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI	15
3.1. Mjerna nesigurnost.....	15
3.2. Postupak procjene mjerne nesigurnosti.....	16
3.2.1. Identifikacija izvora mjerne nesigurnosti.....	17
3.2.2. Procjena mjerne nesigurnosti za svaki izvor.....	17
3.2.2.1. Procjene tipa A.....	17
3.2.2.2. Procjene tipa B	18
3.2.3. Izračun kombinirane mjerne nesigurnosti svih izvora	18
3.3. Utjecaj rezultata na ukupnu mjernu nesigurnost.....	19
3.3.1. Nesigurnost temperaturnih gradijenata	19
3.3.1.1. Nesigurnost aksijalnih gradijenata.....	19
3.3.1.2. Nesigurnost radijalnih gradijenata	20
3.3.2. Nesigurnost temperaturne stabilnosti.....	22
3.3.3. Ukupna mjerna nesigurnost	22
4. ISPITNI POSTUPCI.....	23
4.1. Postupak određivanja temperaturnih gradijenata	23

4.2. Postupak određivanje temperaturne stabilnosti.....	24
4.3. Postupak određivanje dinamike zagrijavanja.....	25
5. MJERNA LINIJA ZA ISPITIVANJE	26
5.1. Mjerna linija	26
5.2. Uređaji i oprema.....	27
5.2.1. Visokotemperaturna termometrijska peć	27
5.2.2. Termoparovi.....	29
5.2.3. Termo-posuda	30
5.2.4. Multimetar.....	30
5.2.5. Računalo	31
6. POSTUPCI LABORATORIJSKIH ISPITIVANJA.....	32
6.1. Ispitivanje temperaturnih gradijenata.....	32
6.1.1. Izračun temperaturnih gradijenata	34
6.1.1.1. Izračun aksijalnih temperaturnih gradijenata	34
6.1.1.2. Izračun radijalnih temperaturnih gradijenata	35
6.2. Ispitivanje temperaturne stabilnosti	35
6.3. Ispitivanje dinamike zagrijavanja	36
7. REZULTATI ISPITIVANJA	37
7.1. Rezultati	37
7.1.1. Temperaturni gradijenti.....	37
7.1.1.1. Očitavanja na 600 °C	37
7.1.1.2. Očitavanja na 850 °C	38
7.1.1.3. Očitavanja na 1100 °C	39
7.1.1.4. Aksijalni temperaturni gradijenti	40
7.1.1.5. Radijalni temperaturni gradijenti	41
7.1.2. Temperaturna stabilnost.....	41
7.1.2.1. Temperaturna stabilnost na 600 °C	41
7.1.2.2. Temperaturna stabilnost na 1100 °C	44
7.1.3. Dinamika zagrijavanja	46
7.1.3.1. Dinamika zagrijavanja do 600 °C	46
7.1.3.2. Dinamika zagrijavanja do 1100 °C	48
7.2. Doprinos ukupnoj mjernoj nesigurnosti.....	49
7.3. Zona za umjeravanje termoparova	51
7.3.1. Ukupna mjerna nesigurnost unutar zone za umjeravanje termoparova	52
8. ZAKLJUČAK.....	54
LITERATURA.....	55
PRILOZI.....	56

POPIS SLIKA

Slika 1.	Termopar	4
Slika 2.	Princip rada termopara	5
Slika 3.	Carnotov ciklus.....	8
Slika 4.	Carnotov toplinski stroj	9
Slika 5.	Usporedbeno umjeravanje	12
Slika 6.a	Horizontalna peć.....	13
Slika 6.b	Vertikalna peć.....	13
Slika 7.a	Jednozonska peć	13
Slika 7.b	Trozonska peć.....	13
Slika 8.	Izotermalni blok	14
Slika 9.a	Pravokutna razdioba	16
Slika 9.b	Gaussova razdioba.....	16
Slika 10.	Prikaz aksijalnih gradijenata	20
Slika 11.	Prikaz radijalnog gradijenta.....	21
Slika 12.	Prikaz računanja temperaturne stabilnosti.....	22
Slika 13.	Prostorni gradijenti	23
Slika 14.a	Mjerna linija za ispitivanje temperaturnih gradijenata.....	26
Slika 14.b	Mjerna linija za ispitivanje temperaturne stabilnosti i dinamike zagrijavanja	26
Slika 15.	Carbolite GZF 12/910	28
Slika 16.	Temperaturni regulator peći	28
Slika 17.	Termopar tip S.....	29
Slika 18.	Presjek termo posude.....	30
Slika 19.	Termo-posuda.....	30
Slika 20.	Sučelje multimetra.....	31
Slika 21.	Kiethley 2001	31
Slika 22.	Presjek izotermalnog bloka s cijevima	32
Slika 23.	Početni položaj termoparova u izotermalnom bloku peći	33
Slika 24.	Izračun aksijalnog temperaturnog gradijenta	34
Slika 25.	Rezultati mjerenja pri 600 °C	38
Slika 26.	Rezultati mjerenja pri 850 °C	39
Slika 27.	Rezultati mjerenja pri 1100 °C	40
Slika 28.	Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C.....	43
Slika 29.	Precizniji zapis mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C	43
Slika 30.	Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 1100 °C.....	45
Slika 31.	Precizniji zapis mjerenja temperaturne stabilnosti pri 1100 °C	46
Slika 32.	Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 600 °C	47
Slika 33.	Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 1100 °C	49
Slika 34.	Zona za umjeravanje termoparova	51

POPIS TABLICA

Tablica 1. Specifikacije peći	29
Tablica 2. Rezultati mjerenja pri 600 °C	37
Tablica 3. Rezultati mjerenja pri 850 °C	38
Tablica 4. Rezultati mjerenja pri 1100°C	39
Tablica 5. Aksijalni gradijenti	40
Tablica 6. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C.....	42
Tablica 7. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 1100 °C.....	44
Tablica 8. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 600 °C	46
Tablica 9. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 1100 °C	48
Tablica 10. Ukupna mjerna nesigurnost peći pri ispitnim temperaturama.....	50
Tablica 11. Aksijalni gradijenti unutar zone za umjeravanje	52
Tablica 12. Radijalni gradijenti unutar zone za umjeravanje	52
Tablica 13. Ukupna mjerna nesigurnost zone za umjeravanje termoparova.....	53

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
a	-	poluinterval nesigurnosti
k_C	-	faktor prikriivanja
n_0	-	jedinični vektor
Q	W	toplinski tok
s	-	eksperimentalna standardna devijacija
T	K	Kelvinova temperatura
T_{ref}	K	temperatura referentnog termometra
T_j	K	temperatura pomičnog termometra
u_A	mK	standardna nesigurnost tipa A
u_B	mK	standardna nesigurnost tipa B
u_C	mK	kombinirana nesigurnost
U	mK	proširena mjerna nesigurnost
W	J	rad
\bar{X}	-	srednja vrijednost
ϑ	°C	Celzijeva temperatura
$\text{grad}\vartheta_A$	°C	temperaturni gradijent u aksijalnom smjeru
$\text{grad}\vartheta_R$	°C	temperaturni gradijent u radijalnom smjeru
η	-	termički stupanj djelovanja

SAŽETAK

U sklopu Završnog rada potrebno je bilo projektirati i provesti postupak ispitivanja visokotemperaturne termometrijske peći u kojoj će se odvijati usporedbeno umjeravanje termoparova u području između 600 °C i 1100 °C.

Svrha rada bila je odrediti prostorne temperaturne gradijente, stalnosti temperature i dinamiku zagrijavanja te prikazati kako utječu na procjenu ukupne mjerne nesigurnosti umjeravanja termoparova.

Potrebna mjerenja i ispitivanja obavljena su u Laboratoriju za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (FSB-LPM).

Ključne riječi: prostorni temperaturni gradijent, mjerna nesigurnost, temperaturna stabilnost

SUMMARY

The task of this bachelor's degree thesis was to design and conduct the testing of high-temperature thermometric furnace in which the calibration of thermocouples, between 600 °C and 1100 °C, will take place.

The purpose of the thesis was to determine spatial temperature gradients, temperature stability and dynamics of temperature rise up and to show how they affect evaluation of total measurement uncertainty of thermocouple calibration.

Required testing and measurements were done in the Laboratory for process measurement at Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture (FSB-LPM).

Key words: spatial temperature gradient, measurement uncertainty, temperature stability

1. UVOD

Tema završnog rada je ispitivanje bitnih karakteristika visokotemperaturne termometrijske peći koje doprinose ukupnoj mjernoj nesigurnosti umjeravanja termoparova. U radu će biti definirani postupci laboratorijskih ispitivanja prostornih temperaturnih gradijenata, stalnosti temperature i dinamike zagrijavanja peći. Uz pomoć opreme koja se nalazi na raspolaganju u Laboratoriju za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (FSB-LPM) provedeni su ispitni postupci te će rezultati ispitivanja biti predstavljeni i analizirani u ovome radu.

Umjeravanjem se, pri određenim uvjetima, uspostavlja povezanost između vrijednosti ostvarenih etalonima i vrijednosti koje pokazuje neko mjerilo. Dobiveni rezultati umjeravanjem tako omogućuju procjene grešaka prilikom mjerenja.

Uz korištenje prethodno umjerenih termoparova potrebno je odrediti karakteristike peći kako bi se mogao definirati utjecaj na mjernu nesigurnost prilikom budućih umjeravanja. Niti jedno mjerenje ne može biti u potpunosti točno te svako mjerenje nosi sa sobom određene nesigurnosti. Mjerna nesigurnost može biti pokazatelj kvalitete mjerenja, odnosno s kolikom sumnjom treba pristupiti dobivenim rezultatima.

Dobiveni rezultati ispitivanja bit će pokazatelj utjecaja ove visokotemperaturne peći na rezultate pri umjeravanjima koja će uslijediti. To će omogućiti kvalitetnije umjeravanje neumjerenih termoparova s etalonima te preciznije određivanje karakteristika termoparova.

Ispitivanja ovakvoga tipa nisu internacionalno standardizirana pa svaki priznati laboratorij koristi vlastite metode ispitivanja. U sklopu završnog rada korištena je već razvijena i primjenjivana metoda od strane Fakulteta strojarstva i brodogradnje.

2. TEORIJSKE OSNOVE

2.1. Termometri

Termometar je instrument za mjerenje temperature ili temperaturnog gradijenta. Služi kao pretvornik kojem je primarna funkcija pretvorba toplinske energije u izlaznu informaciju. Ta informacija može se očitavati u obliku električne, kemijske, mehaničke energije, energije zračenja i slično.

Svaki termometar ima dva ključna elementa. To su senzor temperature i neko sredstvo konverzije. U senzoru temperature odvija se neka fizikalna promjena. To može primjerice biti osjetnik živinog termometra u kome se odvija promjena volumena žive ili termopar u kome dolazi do stvaranja termoelektričnog napona. U pretvorniku se vrši pretvorba te fizikalne promjene u određenu numeričku vrijednost. Tako na živinom termometru za očitavanje temperature služi skala duljine, a kod mjerenja termoparom očitava se vrijednost napona koja se zatim pretvara u temperaturu.

Najosnovnija podjela termometra bila bi ona prema načinu prijenosa topline. Po tome ih možemo podijeliti u dvije skupine, kontaktne i beskontaktne. Kontaktne se temelje na prijenosu topline kondukcijom i konvekcijom, a beskontaktne na prijenosu topline zračenjem.

Kontaktne termometri:

- Termoparovi
- Otpornički elementi
- Termistori
- Poluvodički PN – spoj

Beskontaktne termometri:

- Infracrveni termometar
- Piroelektrični termometar

2.1.1. Kratka povijest termometra

Prvi uređaj za mjerenje temperature napravio je Galileo Galilei negdje između 1592. i 1603. godine. Njime je mogao ustanoviti zagrijanost zraka.

Tijekom 17. stoljeća potreba za mjerenjem temperature postala je svakodnevna. Zbog toga se pojavila potreba za uspostavom temperaturnih ljestvica s fiksnim temperaturama. Robert Hook je bio prvi koji je pokušao standardizirati termometar te je 1664. odredio jednu fiksnu točku. Kasnije je 1694. Carlo Rinaldi predložio ljestvicu s dvije fiksne točke, ledištem i vrelištem vode.

Početkom 18. stoljeća Daniel Gabriel Fahrenheit napravio je živin termometar i osmislio temperaturnu skalu s ledištem vode na 32 stupnja. Odredio je i dvije fiksne točke. Kao 0 stupnjeva uzeo je tada najnižu umjetno postignutu temperaturu, a kao 600 stupnjeva uzeo je vrelište žive.

Anders Celsius je 1742. g. podijelio ljestvicu između vrelišta i ledišta vode na 100 centigrada. Ledište je postavio na 0 stupnjeva, a vrelište na 100.

Za otkriće termopara zaslužan je Thomas Johann Seebeck koji je 1821.g. otkrio da bilo koji vodič izložen temperaturnom gradijentu generira termonapon.

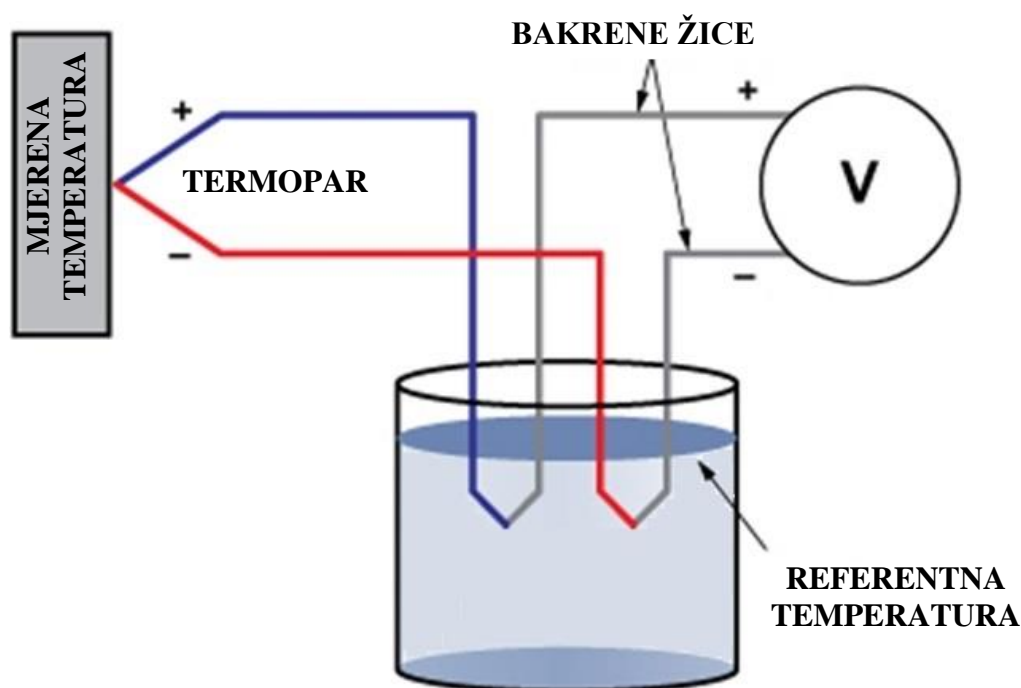
William Thomson, poznatiji kao Lord Kelvin predložio je temperaturnu ljestvicu s početnom točkom u apsolutnoj nuli. Kao drugu fiksnu točku odabrao je ledište vode. Zadržao je Celzijusov pomak na ljestvici od jednog centigrada.

1954. g. na 10. Općoj konferenciji za utege i mjere usvojen je Kelvinov prijedlog temperaturne ljestvice. Kao definicijske točke termodinamičke temperature određene su apsolutna nula i trojna točka vode pri kojoj sve tri faze vode koegzistiraju u ravnoteži pri atmosferskom tlaku. Trojnoj točki vode pripisana je vrijednost 273,16 K te je tako termodinamička temperaturna ljestvica definirana kao 1/273,16 trojne točke. Na taj se način postiglo na obje, Kelvinovoj i Celzijusovoj skali, po isti broj stupnjeva između ledišta i vrelišta vode pri atmosferskom tlaku.

2.2. Termoparovi

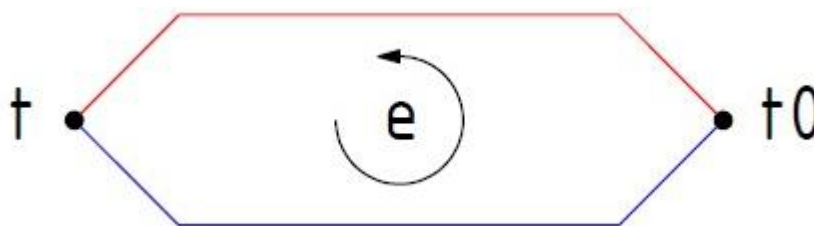
Termoparovi su jedni od najčešće korištenih senzora za mjerenje temperature. U širokoj su komercijalnoj upotrebi zbog svoje pristupačnosti, ali i mogućnosti rada pri širokom području temperatura te njihove izdržljivosti.

Termopar čine dvije žice od različitih metala ili legura, spojene na jednom kraju. Spoj se nalazi na kraju kojim se mjeri temperatura dok se drugi, otvoreni kraj termopara postavlja na referentnu temperaturu.



Slika 1. Termopar

Princip rada temelji se na Seebeckovom termoelektričnom efektu. To je pojava napona pri izlaganju električnog vodiča temperaturnom gradijentu, odnosno razlici temperatura. Uslijed temperaturnog gradijenta javlja se razlika potencijala (ϵ) u termoparu, odnosno možemo reći da se toplinska energija izravno pretvara u električnu. Termoelektrični napon koji stvara termopar ovisi o referentnoj temperaturi i onoj koja se mjeri te o korištenom materijalu žica. Napon se mjeri voltmetrom, obično u milivoltmetrima, a potom se pomoću referentnih tablica izračunava mjerena temperatura.



Slika 2. Princip rada termopara

Postoji više tipova termoparova ovisno o kombinaciji materijala žica. Odabir kombinacije ovisi o kemijskim svojstvima, talištu te stabilnosti materijala, cijeni i slično. Određeni tipovi termoparova pogodni su u određenim primjenama. Najčešće se biraju na temelju potrebnog temperaturnog intervala i osjetljivosti. Također mogu se uzeti u obzir i kriteriji poput kemijske inertnosti ili magnetske materijala žica. Tipovi termoparova su:

- Nikal – legura: E, J, K, M, N, T tip
- Platina/rodij – legura: B, R, S tip
- Volfram/renij – legura: C, D, G tip
- Ostali

2.2.1. Izvedbe termoparova

Prema načinu izvedbe spoja dviju žica na kraju termopara dijele se na izolirani spoj, uzemljeni spoj i gole žice. Kod izoliranog spoja, kraj termopara je unutar kućišta izoliran, za što se najčešće koristi neka mineralna izolacija. Kod uzemljenog spoja, kraj termopara je zalemljen zajedno s kućištem pri vrhu sonde. Zbog izravnog kontakta s kućištem, takav spoj ima najbrži odaziv jer toplina lakše prolazi do termopara. Gole žice su spoj bez kućišta te se izravno postavljaju u područje mjerenja temperature. Odaziv je brz, ali zbog izostanka zaštite više su podložne koroziji.

2.2.2. Metode mjerenja termoparovima

2.2.2.1. Metoda otklona

Kod metode otklona napon se mjeri osjetljivim milivoltmetrom, koji je izveden kao instrument sa zakretnim svitkom. Na milivoltmetru mjerna skala može biti izravno označena u stupnjevima Celzijusa. Izmjereni napon na stezaljkama odgovara termoelektričnom naponu

termopara umanjenom za pad napona u strujnom krugu. Pad napona u strujnom krugu uzrokovan je otporima termopara, kompenzacijskog i bakrenog voda te unutrašnjim otporom mjernog instrumenta. Promjenom temperature mijenja se otpor termopara te dolazi do otklona kazaljke mjernog instrumenta. Na mjerenje također utječe i promjena otpora uslijed promjene temperature vodiča.

2.2.2.2. *Metoda kompenzacije*

Metoda kompenzacije ili izjednačenja koristi se pri visokim otporima produžnog voda i vodiča te kada je potrebno točnije mjerenje temperature pomoću termoparova. Također je prikladna kada se na jedan mjerni instrument priključuje više termoparova, čiji se otpori mogu međusobno razlikovati zbog različitih dužina i presjeka žica.

Termoelektrični napon mjeri se bez protjecanja struje u krugu termopara. Termopar je produžnim bakrenim vodom spojen na kompenzator. Na kompenzatoru se podešava vrijednost promjenjivog otpora. Protunapon postignut preko podešenog otpora suprotstavlja se naponu termopara te se postiže izjednačenje. Nakon postignutog izjednačenja strujnim krugom termopara ne protječe struja što se može očitati na galvanometru. Iz podešenog otpora dobiva se vrijednost termoelektričnog napona te naposljetku izmjerena temperatura.

2.2.2.3. *Metoda direktnog očitavanja*

Metoda direktnog očitavanja koristi se kada je referentna temperatura ista kao i temperatura za koju je napravljena tablica ovisnosti termonapona o temperaturi. Zbog toga nije potrebno vršiti korekciju. Napon se izravno očitava s digitalnog multimetra te se interpolacijom odmah izračunava temperatura.

2.3. Temperatura

Temperatura je mjerljiva karakteristika sustava, odnosno veličina stanja. Nije jednostavno odrediti definiciju temperature jer ona predstavlja mjeru zagrijanosti tijela, a kazati da je tijelo toplo ili hladno vrlo je subjektivno. Najprikladnija definicija temperature bila bi ona škotskog fizičara Jamesa Clerka Maxwella: „Temperatura tijela je toplinsko stanje koje pokazuje sposobnost tog tijela da predaje toplinu drugim tijelima“. S termodinamičkog aspekta može se reći da dva tijela koja su u toplinskoj ravnoteži imaju jednake temperature.

Temperaturu nije moguće direktno mjeriti. Način na koji se može mjeriti je njena komparacija s lakše mjerljivim veličinama s kojima je jednoznačno povezana. Neke od njih su:

- Volumen tijela koji se mijenja s temperaturom (npr. stupac žive)
- Elektromotorna sila (npr. termoparovi)
- Električni otpor (npr. otpornički termometri)

Mjerenje temperature temelji se na nultom zakonu termodinamike, koji kaže da svaki sustav prepušten sam sebi prirodno teži postizanju ravnoteže i onoga trenutka kada se ravnoteža postigne, sve mjerljive promjene u sustavu nestanu. Toplinska ravnoteža između dva tijela se u teoriji postiže tek nakon beskonačno dugo vremena.

Kako bi se temperaturi pridodalo fizikalno značenje, potrebno ju je dovesti u vezu s gibanjem molekula. Prosječna brzina gibanja molekula je u izravnoj vezi s temperaturom. Ona raste s porastom, odnosno opada s padom temperature.

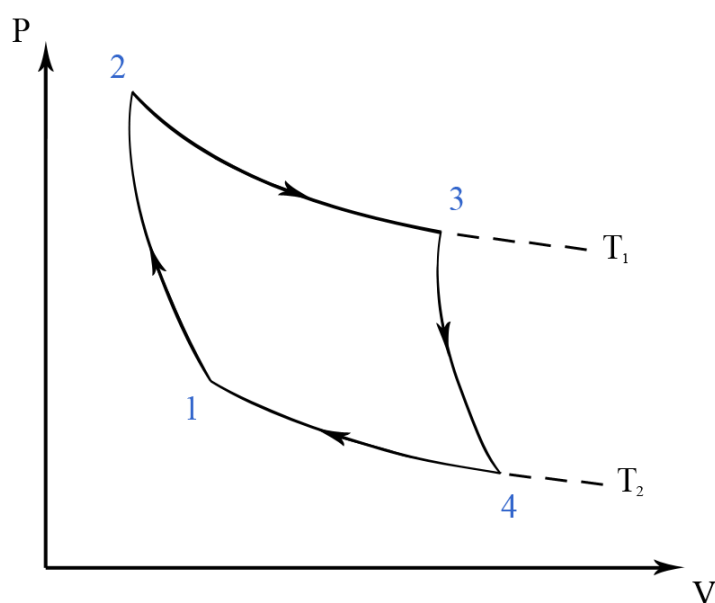
2.3.1. Temperaturne skale

S ciljem kvantificiranja temperature definirane su temperaturne skale. Postoje dvije apsolutne temperaturne skale, kod kojih nulta vrijednost temperature odgovara teorijskom stanju materije pri kojem ne postoji gibanje molekula. To su Kelvinova i Rankineova temperaturna skala. Kod ovih skala nisu moguće negativne vrijednosti temperatura. U SI – mjernom sustavu uz Kelvinovu, obaveznu skalu, dopušteno je korištenje empirijske Celzijeve skale. Za definiranje temperaturne skale odabiru se dvije fizikalne pojave koje se uvijek odvijaju pri točno određenim uvjetima te se njima pridružuju brojčane vrijednosti.

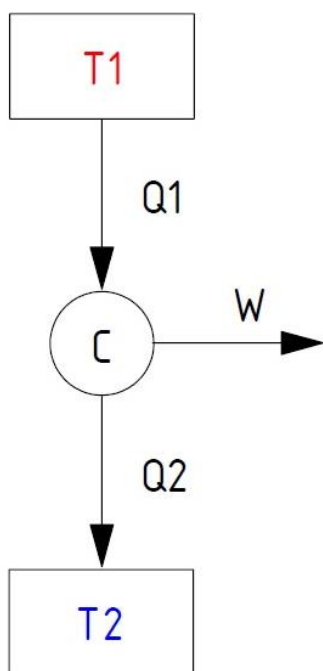
2.3.1.1. Kelvinova temperaturna skala

Lord Kelvin je analizirajući teoretski Carnotov ciklus [Slika 3.] uspio izvesti univerzalnu temperaturnu skalu neovisnu o vrsti termometra ili radnom mediju.

Carnotov ciklus sastoji se od toplinskog stroja koji radi između dvije izoterme i dvije adijabate. Izoterma T_1 veća je od izoterme T_2 . Toplinski stroj uzima iz ogrjevnog spremnika temperature T_1 toplinu Q_1 , vrši rad W te predaje ostatak topline Q_2 rashladnom spremniku temperature T_2 .



Slika 3. Carnotov ciklus



Slika 4. Carnotov toplinski stroj

Termički stupanj djelovanja (1) takvog stroja je omjer dobivenog mehaničkog rada W i dovedene topline iz ogrjevnog spremnika Q_1 . Prema Carnotovom teoremu, termički stupanj djelovanja reverzibilnih toplinskih strojeva je isti, ako ti strojevi rade između istih toplinskih spremnika. To znači da svi reverzibilni strojevi koji rade između spremnika temperatura T_1 i T_2 moraju imati termički stupanj djelovanja koji je funkcija samo temperatura.

$$\eta = \frac{W}{Q_1} \quad (1)$$

$$\eta = \frac{Q_1 - Q_2}{Q_1} = 1 - \frac{Q_2}{Q_1} = 1 - \frac{T_2}{T_1} \quad (2)$$

Kao dvije referentne točke uzete su fizikalne pojave smrzavanja i vrelišta vode. Mjerenjem se ustanovio omjer tih točki te se interval podijelio na sto jednakih dijelova. Jedan dio intervala označava jedan stupanj kelvina ($^{\circ}\text{K}$).

$$\frac{Q_2}{Q_1} = \frac{T_2}{T_1} = \frac{\text{vrelište}}{\text{ledište}} \cong 1,3661 \quad (3)$$

$$T_2 - T_1 = 100 \quad (4)$$

Kombiniranjem jednadžbi (3) i (4) dobivene su temperature vrelišta i ledišta vode izražene u stupnjevima kelvina. One iznose $T_1 = 273,15\text{K}$ za točku smrzavanja i $T_2 = 373,15$ za točku vrelišta vode.

Na 13. Općoj konferenciji za mjere i utege 1968.g. jedinica termodinamičke temperature je preimenovana iz stupanj Kelvina ($^{\circ}\text{K}$) u kelvin (K) te definirana kao $1/273,16$ dio termodinamičke temperature trojne točke vode.

2.3.1.2. Celzijeva temperaturna skala

Celzijeva temperaturna skala nije apsolutna za razliku od Kelvinove nego je empirijska, ali je također dopuštena u SI – sustavu. Nastala je tako što se interval između točke smrzavanja i točke ključanja stanja kemijski čiste vode pri tlaku 760 mmHg na jednom živinom termometru podijelio na sto jednakih dijelova od kojih jedan dio označuje jedan stupanj Celzija ($^{\circ}\text{C}$). Veza između Kelvinove i Celzijeve temperaturne skale:

$$T(\text{K}) = \vartheta(^{\circ}\text{C}) + 273,15 \quad (5)$$

2.4. Umjeravanje

2.4.1. Umjeravanje – općenito

Umjeravanje je skup postupaka kojima se, u određenim uvjetima, uspostavlja povezanost između vrijednosti ostvarenih etalonima i vrijednosti koje pokazuje neko mjerilo. Etaloni su odgovarajući certificirani uređaji za umjeravanje. Rezultati umjeravanja omogućuju procjenu grešaka prilikom mjerenja.

Postupci umjeravanja temelje se na internacionalnim, odnosno nacionalnim standardima koji su obično slični, ali se mogu razlikovati u nekim detaljima. U slučaju da se umjeravanja izvode u nestandardnim uvjetima obavezno je izvršiti korekciju rezultata te procijeniti mjerne nesigurnosti zbog promjene standardnih uvjeta. Standarde za uvjete umjeravanja izdaju odgovarajuće ustanove, a svaki laboratorij mora imati certifikat kojim se potvrđuje da zadovoljava te uvjete.

Laboratoriji u dogovoru s klijentom moraju definirati područje, uvjete i trajanje umjeravanja te parametre koji će se određivati (distribucija temperature u prostoru, stabilnost temperature u vremenu i sl.). Nakon umjeravanja izdaje se potvrda koja pokazuje vrijednosti etalona i umjeravanog instrumenta te njihova međusobna odstupanja.

2.4.2. Usporedbeno umjeravanje

Usporedbeno umjeravanje je najčešće korištena tehnika umjeravanja mjernih instrumenata. To je zapravo usporedba umjeravanog termometra s etalonskim termometrom u zoni kontrolirane temperature.

Zona kontrolirane temperature je volumen u kojem je moguće kontrolirati temperaturu u prostoru i vremenu. Najčešće zone kontrolirane temperature su termometrijske peći, kalibracijske kupke, fluidizirane kupke, toplinske cijevi i kalibracijski blokovi.

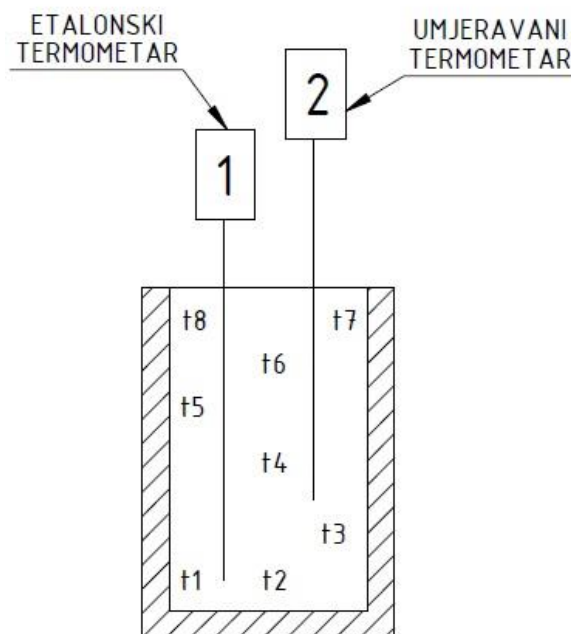
Izvori nesigurnosti metode usporedbenog umjeravanja su nesigurnosti etalonskog termometra i onog koji se umjerava te utjecaj zone kontrolirane temperature. Najmanji utjecaj na ukupnu mjernu nesigurnost ima umjeravani termometar. U sklopu *Završnog rada* ispitivao se utjecaj zone kontrolirane temperature, odnosno utjecaj termometrijske peći u obliku temperaturnih gradijenata i stabilnosti temperature kroz vrijeme.

2.4.2.1. Postupak

Etalonski i umjeravani termometar stavljaju se u zonu kontrolirane temperature [Slika 5.] te nakon što se očitavanja etalona i umjeravanog termometra ustale, vrši se određeni broj očitavanja. Kako se očitavaju vrijednosti u obliku otpora (otpornički termometri) ili napona (termoparovi) potrebno je interpolacijom izračunati temperaturu u zoni. Postupak se ponavlja

za određen broj drugih točaka unutar zone. Naposljetku se izračunavaju koeficijenti za polinom koji se koristi za interpolaciju između točaka umjeravanja.

Pojednostavljeni prikaz usporedbenog umjeravanja:

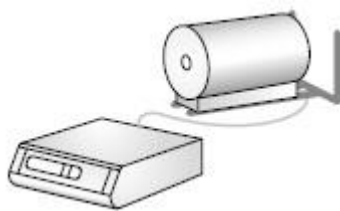


Slika 5. Usporedbeno umjeravanje

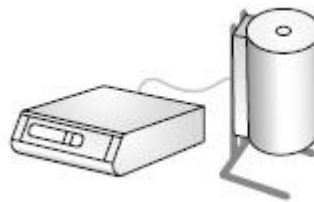
2.5. Zona kontrolirane temperature

U industrijskoj i laboratorijskoj primjeni postoji veliki izbor različitih termometrijskih peći. One se mogu razlikovati po namjeni, veličini, načinu postavljanja, radnim temperaturama i sl. Koriste se u svrhu pirolize, sinteriranja, temperiranja, taljenja, testiranja materijala, umjeravanja termoparova i radi brojnih drugih potreba.

Cijevne termometrijske peći omogućuju najekonomičniji način zagrijavanja manjeg uzorka u laboratorijskoj primjeni. Standardne visokotemperaturne peći imaju maksimalne radne temperature od 1000 °C do 1800 °C. Preporučuje se odabir peći s barem 100 °C iznad maksimalne željene radne temperature. Moguće ih je montirati horizontalno ili vertikalno [Slika 6.].

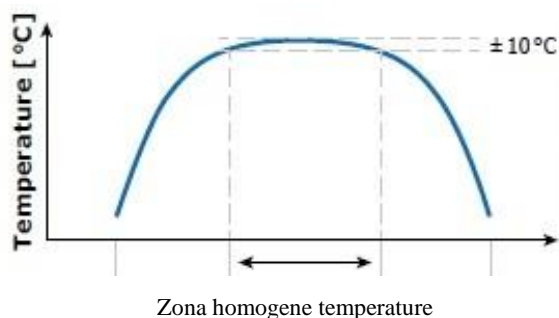


Slika 6.a Horizontalna peć

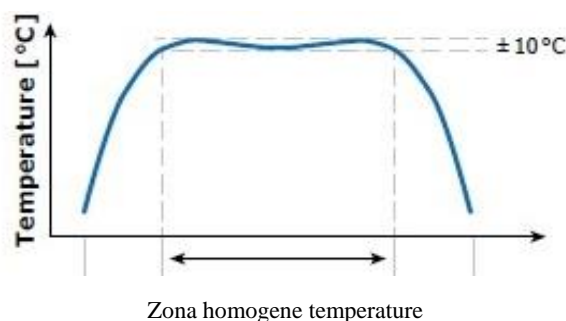


Slika 6.b Vertikalna peć

Peći mogu dolaziti u izvedbama s jednom ili tri grijane zone, odnosno s jednim ili s tri grijača. Kod tro-zonskih peći, dva sporedna grijača služe kako bi se povećala centralna zona homogene temperature [Slika 7.] u kojoj se provode ispitivanja i umjeravanja.



Slika 7.a Jednozonska peć

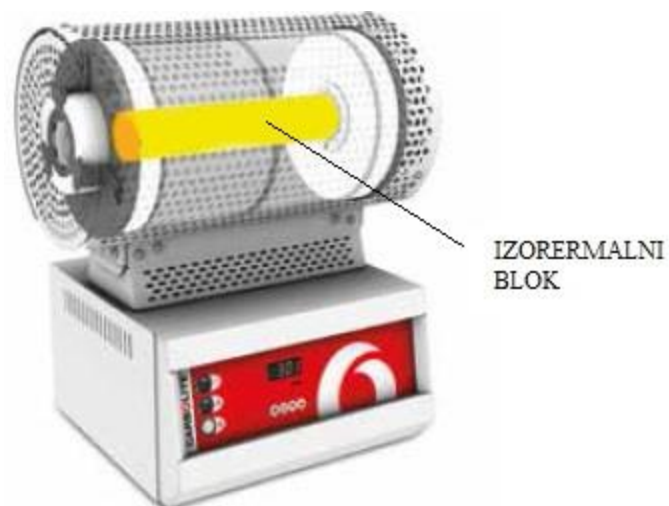


Slika 7.b Trozonska peć

Termometrijske peći su jedne od najčešće korištenih zona kontrolirane temperature. Tijekom umjeravanja, zona kontrolirane temperature osigurava aksijalnu, radijalnu i vremensku temperaturnu stabilnost. Osim peći, kao često upotrebljavane zone kontrolirane temperature koriste se još toplinske cijevi, fluidizirane kupke i kalibracijski blokovi.

Uspješnost izvedbe zone kontrolirane temperature ovisi o izmjerenim temperaturnim gradijentima i temperaturnoj stabilnosti unutar izotermalnih blokova. To su blokovi od metala visoke toplinske vodljivosti koji se umeću u zonu kontrolirane temperature kako bi se postigla što bolja progrijanost zone i povećala temperaturna inertnost. Blokovi obično dolaze sa

ubušenim rupama u koje se postavljaju termometri. Oni mogu biti obloženi istim materijalom koji se koristi i kao zaštita termometra, poput keramike.



Slika 8. Izotermalni blok

3. PROCJENA MJERNE NESIGURNOSTI

3.1. Mjerna nesigurnost

Niti jedno mjerenje nije apsolutno točno niti možemo biti potpuno sigurni u dobivene rezultate. Svako mjerenje sa sobom nosi određene nesigurnosti. Rezultat mjerenja možemo smatrati procjenom te će biti potpun uz pridruženu mjernu nesigurnost.

Mjerna nesigurnost je parametar pridružen mjernom rezultatu, koji označuje rasipanje vrijednosti, što se smije razborito pripisati mjernoj veličini. Ona prikazuje koliko je mjerenje kvalitetno i s kolikom sumnjom treba pristupiti rezultatima mjerenja. Mjerna nesigurnost nije isto što i pogreška mjerenja. Pogreška je odstupanje mjerne vrijednosti od stvarne vrijednosti, a nesigurnost je kvantifikacija sumnje u izmjerene vrijednosti.

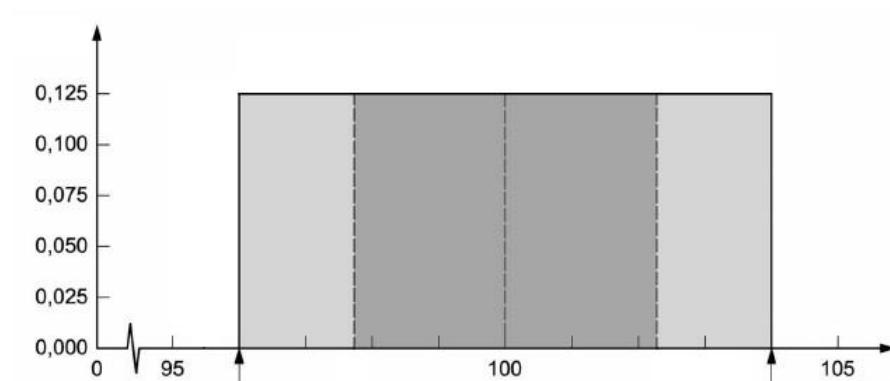
Kako bi se mjerna nesigurnost kvantificirala definiraju se dva podatka. To su širina intervala nesigurnosti te nivo pouzdanosti. Intervalom definiramo gornju i donju vrijednost odstupanja, a nivo pouzdanosti nam govori koliko smo sigurni da se stvarna vrijednost nalazi upravo u tom intervalu.

Stvarna mjerenja se nikada ne provode u idealnim uvjetima te postoje brojni uzroci koji mogu narušiti točnost samog mjerenja. Česti izvori koji pridonose ukupnoj nesigurnosti mjerenja:

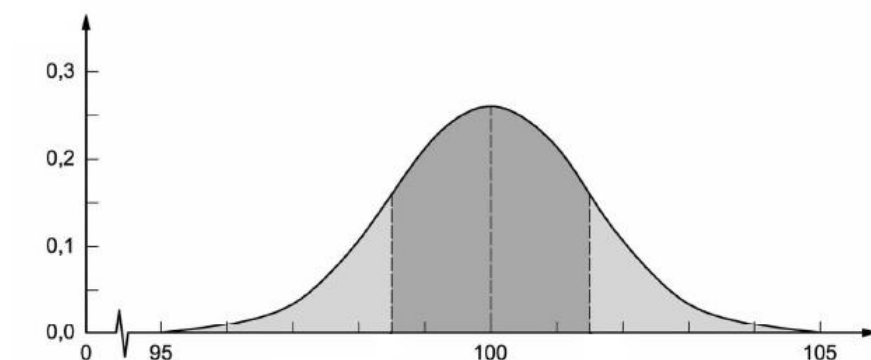
- Mjerni instrument
- Objekt mjerenja
- Metoda mjerenja
- Vještina mjeritelja
- Parametri okoline

Mjerni instrumenti su podložni određenim pogreškama, objekti mjerenja mogu biti nestabilni, a na postupak mjerenja utječu gradijenti i nestalnosti. Na mjerenje mogu imati utjecaja i neki parametri iz okoline poput temperature, vlažnosti te barometarskog tlaka.

Kada se mjerenja više puta ponavljaju dobije se obično širi spektar izmjerenih vrijednosti. To se može prikazati u obliku dijagrama razdiobe. Najčešće korištene su Gaussova (normalna) i pravokutna razdioba [Slika 9.].



Slika 9.a Pravokutna razdioba



Slika 9.b Gaussova razdioba

3.2. Postupak procjene mjerne nesigurnost

Svaki izračun mjerne nesigurnosti može se prikazati u tri koraka:

1. Identifikacija izvora mjerne nesigurnosti
2. Procjena mjerne nesigurnosti za svaki izvor
3. Izračun kombinirane mjerne nesigurnosti svih izvora

3.2.1. Identifikacija izvora mjerne nesigurnosti

Prvo je potrebno sagledati sve što utječe na mjerenje, a to su mjerni instrument, pomoćna oprema, objekt mjerenja, metoda, nesigurnosti mjerila, uvjeti okoliša i drugo.

3.2.2. Procjena mjerne nesigurnosti za svaki izvor

Bez obzira na izvor nesigurnosti, procjena mjerne nesigurnosti vrši se na dva načina. To su metode procjene tipa A i metode procjene tipa B. Svrha razvrstavanja na metode tipa A i tipa B je da se pokažu dva različita načina određivanja sastavnica nesigurnosti. Obje vrste određivanja temelje se na razdiobama vjerojatnosti, a sastavnice nesigurnosti, koje proizlaze iz ovih vrsta određivanja, količinski se iskazuju varijancijama ili standardnim odstupanjima. Kod većine mjerenja potrebno je provesti procjene oba tipa.

3.2.2.1. Procjene tipa A

Procjena tipa A je metoda određivanja nesigurnosti statističkom analizom opažanja, obično iz više puta ponovljenih mjerenja. Za podatke dobivene statističkom metodom standardna nesigurnost (8) se računa iz standardne devijacije podataka više mjerenja (7). Takav način obrade podataka primjeren je Gaussovoj (normalnoj) razdiobi, gdje su podaci grupirani oko srednje vrijednosti (6), a učestalost njihovog pojavljivanja pada odmicanjem od srednje vrijednosti.

Srednja vrijednost:

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n X_{i,k} \quad (6)$$

Eksperimentalna standardna devijacija:

$$s(X_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (X_k - \bar{X})^2} \quad (7)$$

Eksperimentalna standardna devijacija srednje vrijednosti:

$$s(\bar{X}_i) = \frac{s(X_i)}{\sqrt{n}} = u_A \quad (8)$$

3.2.2.2. Procjene tipa B

Procjene tipa B je metoda određivanja nesigurnosti na način koji je različit od statističke analize niza opažanja. Procjene se temelje na drugim podacima kao što je prethodno iskustvo, podaci iz umjernica, proizvođačke specifikacije, objavljeni izvori (knjiga, članak) i slično. Kod te metode poznat je samo interval nesigurnosti u kojem se vjerojatno nalazi prava vrijednost. Takva razdioba naziva se pravokutna. Standardna nesigurnost tipa B:

$$u_B = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

3.2.3. Izračun kombinirane mjerne nesigurnosti svih izvora

Prije računanja kombinirane mjerne nesigurnosti potrebno je podatke iz svih izvora svesti na istu razinu pouzdanosti, odnosno na standardnu nesigurnost. Kombinirana mjerna nesigurnost (10) računa se kao korijen iz sume kvadrata nesigurnosti iz svakog pojedinog izvora.

$$u_C = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + u_4^2 + \dots} = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \quad (10)$$

Pomoću kombinirane mjerne nesigurnosti računa se proširena mjerna nesigurnost (U). Proširena mjerna nesigurnost je veličina koja definira interval oko rezultata za koji se očekuje da sadrži veći dio razdiobne vrijednosti, a koja bi razumno mogla opisati mjernu veličinu. Dobiva se tako da se pomnoži s numeričkim faktorom prekrivanja (k) koji najčešće iznosi 2.

$$U = k \cdot u_C \quad (11)$$

Nakon izračunate proširene vrijednosti, rezultat mjerenja se ispravno zapisuje u obliku:

$$X = \bar{X} \pm k \cdot u_C \quad (12)$$

3.3. Utjecaj rezultata na ukupnu mjernu nesigurnost

Na ukupnu mjernu nesigurnost značajan doprinos imaju prostorne temperaturne nehomogenosti koje očitavamo u obliku aksijalnih i radijalnih temperaturnih gradijenata. Uz to, određeni utjecaj ima i vremenska nestabilnost temperature unutar peći.

3.3.1. Nesigurnost temperaturnih gradijenata

3.3.1.1. Nesigurnost aksijalnih gradijenata

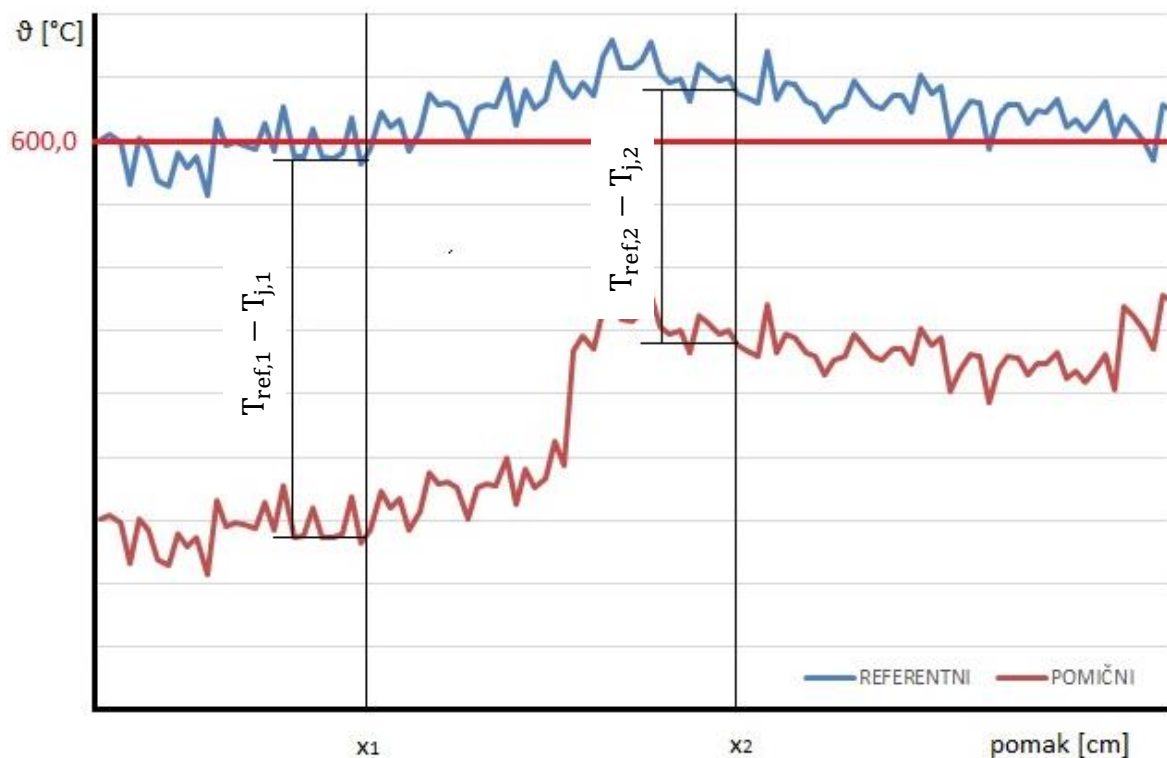
Nesigurnost aksijalnog gradijenta određena je maksimalnom temperaturnom razlikom duž osi peći između stacionarnog referentnog termometra i pomičnog termometra. Ta maksimalna razlika upravo predstavlja poluinterval nesigurnosti a , ako se pretpostavi pravokutna razdioba [Slika 9.a]. Doprinos nesigurnosti aksijalnog gradijenta računa se kao nesigurnost tipa B prema formuli (9):

$$u_B = \text{grad}_A$$

$$\text{grad}_A = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \max |T_{\text{ref},i} - T_{j,i}| ; i = 1, \dots, n \quad (13)$$

gdje n predstavlja broj mjerenja.

Na primjeru [Slika 10.] crvenom linijom označena je zadana temperatura na koju se peć podešava te su naznačene razlike očitanih temperatura referentnog i pomičnog termometra na dvije različite pozicije unutar peći.



Slika 10. Prikaz aksijalnih gradijenata

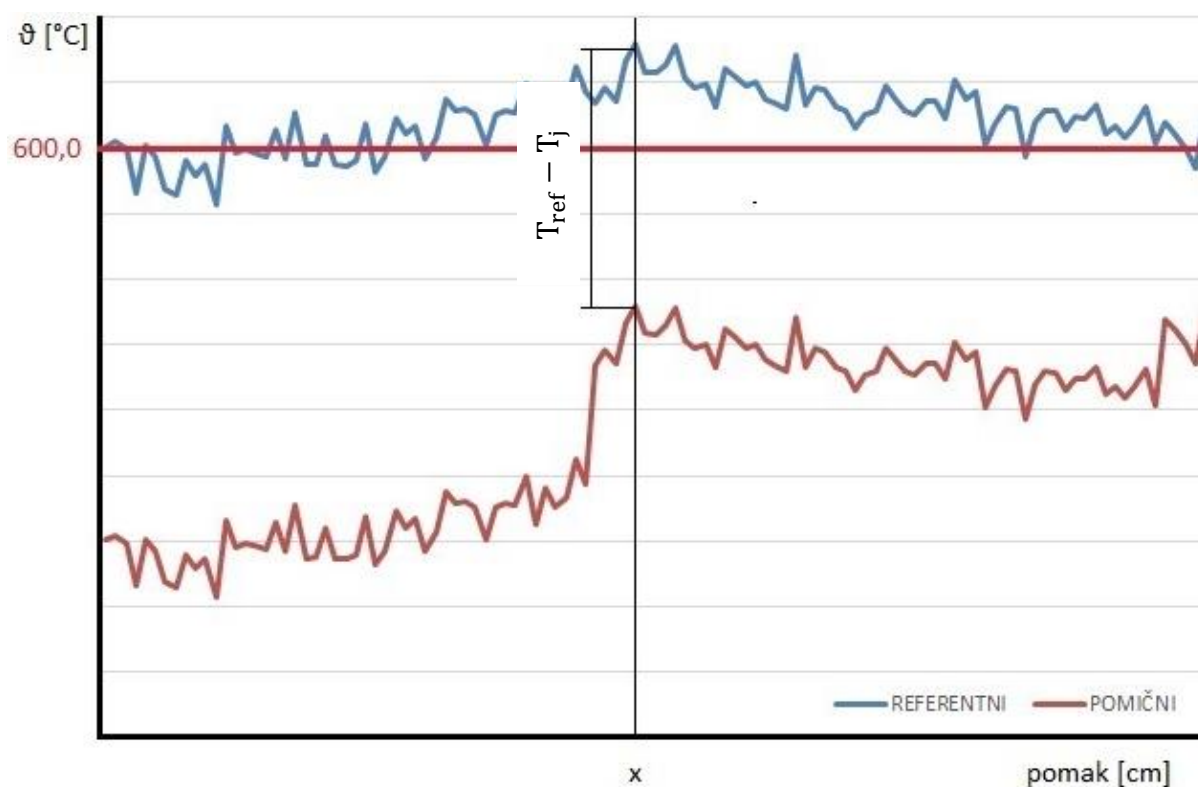
3.3.1.2. Nesigurnost radijalnih gradijenata

Nesigurnost radijalnog gradijenta određena je maksimalnom temperaturnom razlikom između dvaju termometara na određenoj dubini peći. Također se računa kao nesigurnost aksijalnog gradijenta, odnosno kao nesigurnost tipa B, gdje razlika temperatura predstavlja poluinterval nesigurnosti a .

$$u_B = \text{grad}_R$$

$$\text{grad}_R = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \max |T_{\text{ref}} - T_j| \quad (14)$$

Na primjeru [Slika 11.] prikazana temperaturna razlika kada se pomični termometar nalazi u istoj ravnini kao i stacionarni referentni, što predstavlja radijalni gradijent.



Slika 11. Prikaz radijalnog gradijenta

Aksijalnim i radijalnim gradijentom možemo definirati homogenost (15) termometrijske peći koja se računa kao korijen iz sume kvadrata nesigurnosti iz svakog pojedinog gradijenta.

$$u_c = \text{homogenost} = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2}$$

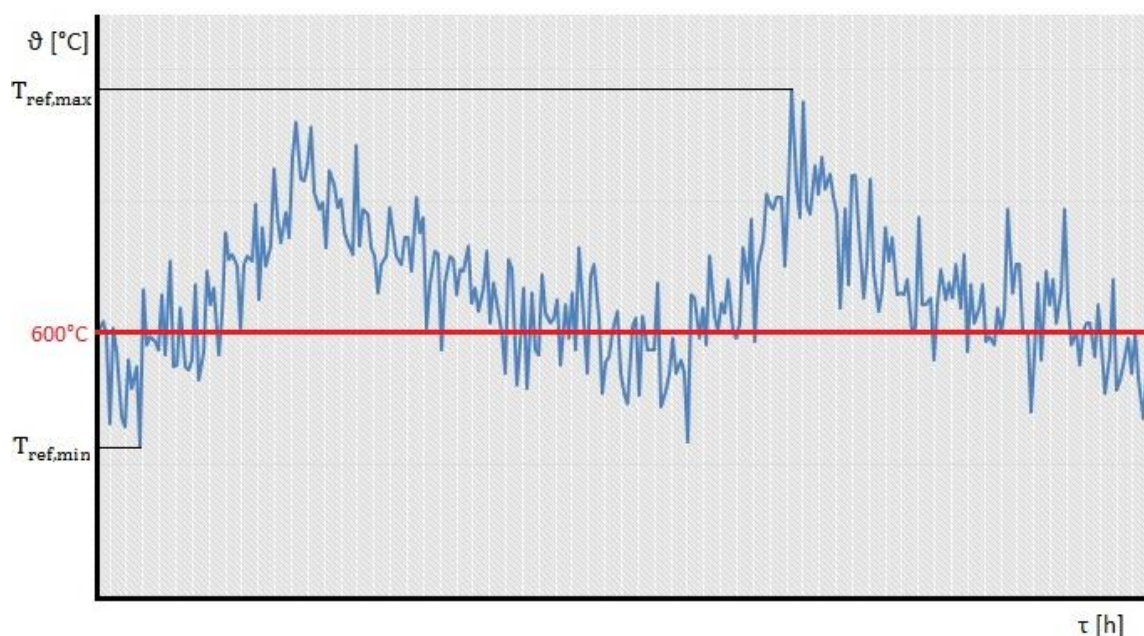
$$\text{homogenost} = \sqrt{\text{grad}_A^2 + \text{grad}_R^2} \quad (15)$$

3.3.2. Nesigurnost temperaturne stabilnosti

Za određivanje temperaturne stabilnosti relevantna je najveća razlika temperatura referentnog termometra tijekom određenog vremena mjerenja. Nesigurnost temperaturne stabilnosti računa se izrazom:

$$\text{stabilnost} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot \max |T_{\text{ref,max}} - T_{\text{ref,min}}| \quad (16)$$

Na primjeru [Slika 12.] crvenom linijom označena je zadana temperatura na koju se peć podešava te maksimalna i minimalna očitana temperatura na termometru u određenom vremenskom intervalu.



Slika 12. Prikaz računanja temperaturne stabilnosti

3.3.3. Ukupna mjerna nesigurnost

Ukupna nesigurnost uslijed prostornih temperaturnih gradijenata i temperaturne stabilnosti računa se kao korijen iz sume kvadrata nesigurnosti iz svakog pojedinog izvora.

$$u = \sqrt{\text{grad}_A^2 + \text{grad}_R^2 + \text{stabilnost}^2}$$

$$u = \sqrt{\text{homogenost}^2 + \text{stabilnost}^2} \quad (17)$$

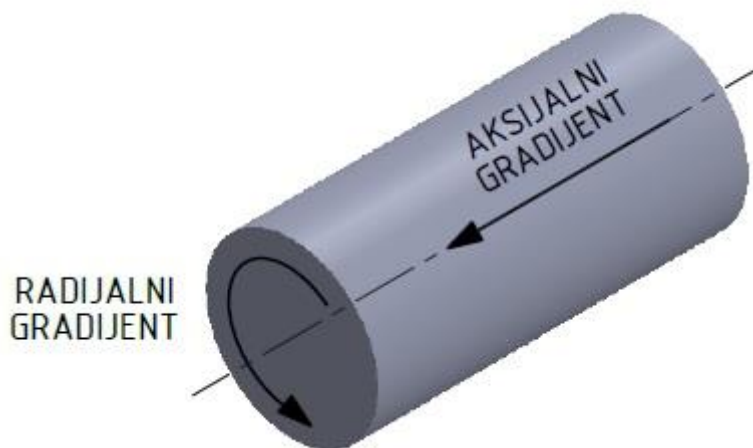
4. ISPITNI POSTUPCI

4.1. Postupak određivanja temperaturnih gradijenata

Termometrijske peći mogu biti različitih konstrukcijskih izvedbi, oblika, veličine, izoliranosti, regulacije temperature i slično, ali uvijek se mogu unutar njih promatrati nehomogenosti izazvane temperaturnim gradijentima. Upravo su temperaturna homogenost i stabilnost najvažnije mjeriteljske karakteristike koje doprinose ukupnoj mjernoj nesigurnosti.

Osnovni gradijenti koji se uočavaju unutar peći su aksijalni i radijalni temperaturni gradijenti [Slika 13.]. Temperaturni gradijent je promjena temperature u smjeru normale. U smjeru povećanja temperature, gradijent je pozitivni vektor. Javljaju se kao promjena temperaturnog očitavanja termometra uslijed promjene njegova položaja.

$$\text{grad}\vartheta = \vec{n}_0 \cdot \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{\Delta\vartheta}{\Delta n} = \vec{n}_0 \cdot \frac{\partial\vartheta}{\partial n} \quad (18)$$



Slika 13. Prostorni gradijenti

Za procjenu gradijenata potrebna su barem dva termometra. Jedan termometar služi kao referentni, a ostali se pomiču unutar izotermalnog bloka. Ako peć nema izotermalni blok, termometri se moraju postaviti na istu razinu unutar peći. Referentni termometar se tijekom mjerenja konstantno drži na istom mjestu u peći. Ostali se pomiču proporcionalno po

određenim udaljenostima, ovisno o dimenzijama peći. Nakon izmjerenih vrijednosti, rezultati svih termometara uspoređuju se s referentnim.

Mjerenja se ne mogu istovremeno provoditi na svim udaljenostima tako da se moraju provesti korekcije za svaki niz mjerenja pomičnih termometara. Nakon korekcije radi se tablica koja sadrži prosječne vrijednosti temperatura za određene udaljenosti od referentnog termometra pri mjerenim temperaturama.

Mjerenja se moraju provoditi obavezno na maksimalnoj i minimalnoj temperaturi peći te barem na dvije različite temperature unutar tog intervala. Preporučuje se provođenje mjerenja svakih 100 °C, ako je interval između maksimalne i minimalne temperature veći od 300 °C.

4.2. Postupak određivanje temperaturne stabilnosti

Vrlo bitno svojstvo termometrijskih peći je temperaturna stabilnost. To svojstvo prikazuje temperaturne oscilacije unutar nekog vremena pri već postignutoj stabilnoj temperaturi peći. Ono značajno ovisi o tipu regulacije. Kako se umjeravanja termoparova odvijaju unutar nekoliko minuta, relevantan utjecaj na točnost postupka ima upravo stabilnost temperature u određenom vremenskom periodu.

Prilikom određivanja temperaturne stabilnosti peći promatraju se oscilacije referentnog termometra pri određenoj temperaturi unutar nekog vremenskog intervala. Preporučuje se da mjerenje stabilnosti započne barem trideset minuta nakon što se postigne stacionarno stanje unutar peći. Za mjerenje temperaturne stabilnosti potrebno je zabilježiti barem trideset vrijednosti temperatura unutar dvadeset do trideset minuta između približno konstantnih vremenskih intervala. Mjerenje je potrebno provesti barem na referentnoj poziciji ili u središtu volumena peći te na svakoj temperaturi pri kojoj će se odvijati umjeravanje termoparova.

Neovisno o metodi umjeravanja termoparova, uvijek je potrebno provesti postupak određivanja temperaturne stabilnosti zbog utjecaja na ukupnu mjernu nesigurnost.

4.3. Postupak određivanje dinamike zagrijavanja

Dinamika zagrijavanja predstavlja brzinu zagrijavanja s početne temperature na neku zadanu. Kod ispitivanja obično se prati zagrijavanje peći sa sobne na radnu temperaturu dok se ne ustabili. Nakon što se peć uključi, prati se vremenska promjena temperature osjetnika unutar peći. Ispitni postupak omogućuje analizu zagrijavanja peći u proizvoljno odabranim vremenskim intervalima, odnosno analizu promjene temperature u vremenu.

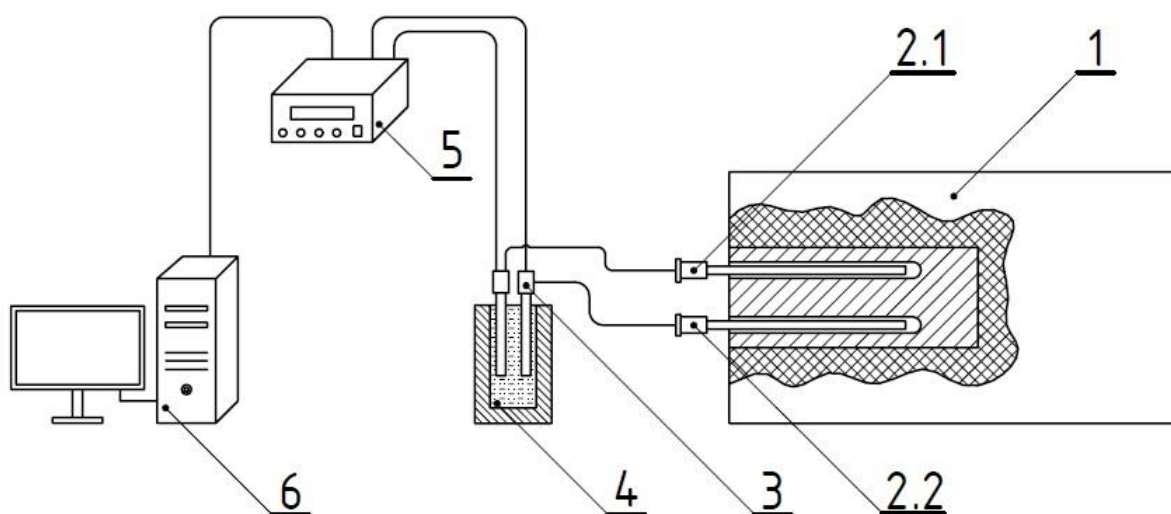
5. MJERNA LINIJA ZA ISPITIVANJE

5.1. Mjerna linija

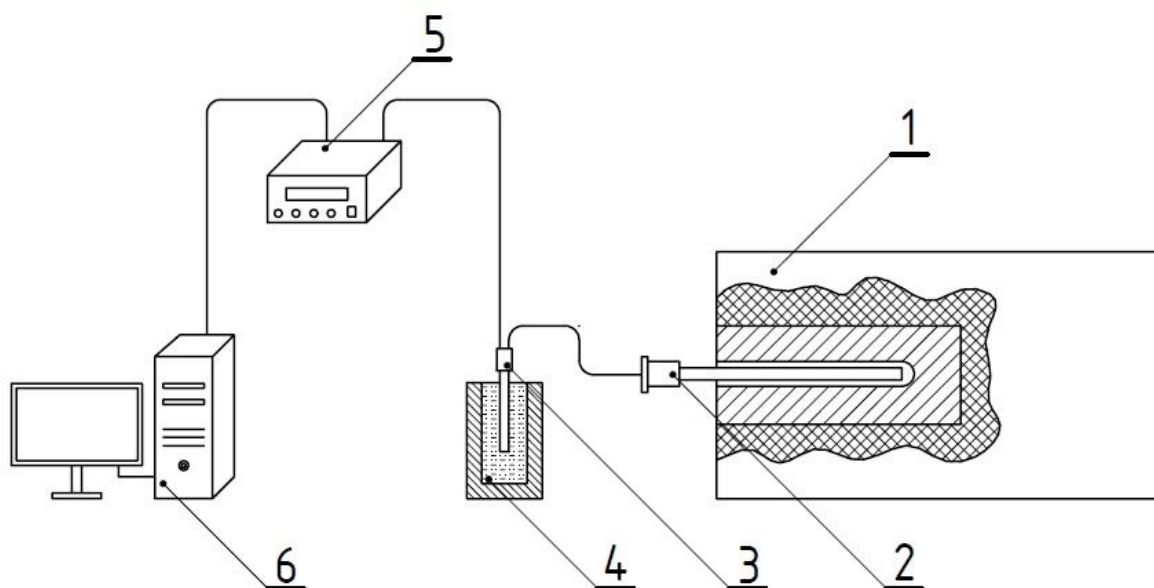
Oprema korištena u postupku ispitivanja je sastavni dio Laboratorija za procesna mjerenja Fakulteta strojarstva i brodogradnje (FSB-LPM):

1. Visokotemperaturna peć *Carbolite GZF 12/910*
2. Termopar tip S
 - 2.1. Pomični termopar
 - 2.2. Stacionarni termopar
3. Termometar za određivanje usporedbene temperature
4. Termo-posuda s ledom
5. Multimetar *Kiethley 2001*
6. Računalo

Kod postupka ispitivanja temperaturnih gradijenata i temperaturene stabilnosti korištena je ista oprema, samo što se kod ispitivanja gradijenata koriste dva termopara za ispitivanje peći, stacionarni i pomični [Slika 14.].



Slika 14.a Mjerna linija za ispitivanje temperaturnih gradijenata



Slika 14.b Mjerna linija za ispitivanje temperaturne stabilnosti i dinamike zagrijavanja

Mjerenje temperature unutar peći izvodi se termoparovima koji su smješteni u cijevima izotermalnog bloka. Termopar je spojen s referentnim termometrom na multimetar. Referentni termometar nalazi se u posudi s ledom. Multimetar služi kao mjerac napona generiranog u termoparovima. Izmjereni napon se na računalu preračunava u temperaturu te se očitavanja preko računalnog programa prate na ekranu i zapisuju na tvrdi disk u obliku excell datoteka.

5.2. Uredaji i oprema

5.2.1. Visokotemperaturna termometrijska peć

Ispitivanja su se provodila na termometrijskoj peći Carbolite GZF 12/910 [Slika 15.]. Peć spada u visokotemperaturne peći s kontrolom temperature u tri zone. Glavni grijač diktira željenu radnu temperaturu, dok druga dva grijača služe za postizanje šire zone ujednačene temperature. Oni mogu biti nekoliko stupnjeva iznad ili ispod glavnog grijača kako bi se postigla jednolika temperatura unutar izotermalnog bloka. Na temperaturnom regulatoru peći [Slika 16.] određuje se temperatura kontrolirane zone te se mogu manualno podešavati i

sporedni grijači. Keramički izotermalni blok sadrži sedam keramičkih cijevi različitih duljina u koje se postavljaju termoparovi.



Slika 15. Carbolite GZF 12/910



Slika 16. Temperaturni regulator peći

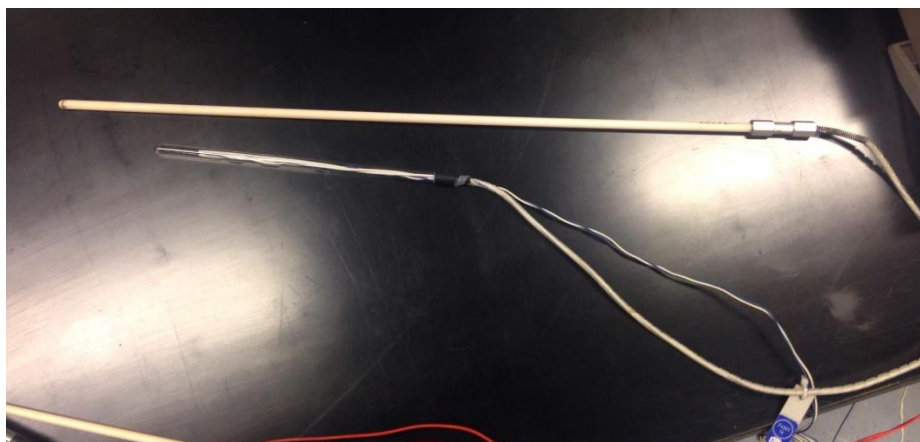
Tablica 1. Specifikacije peći

Maksimalna radna temperatura (°C)	1200
Maksimalna snaga (kW)	6
Promjer izotermalnog bloka (mm)	75
Duljina peći (mm)	1100
Grijana duljina (mm)	910
Neto težina (kg)	55

Peć sadrži određene elektroničke komponente koje zahtijevaju definirane uvjete okoline. Temperatura okoline mora biti između 5 °C i 40 °C. Dopuštena relativna vlažnost okoliša je do 80 % pri temperaturama do 31 °C, a prema višim temperaturama dopuštena vrijednost relativne vlažnosti linearno opada do maksimalno 50 % pri 40 °C.

5.2.2. Termoparovi

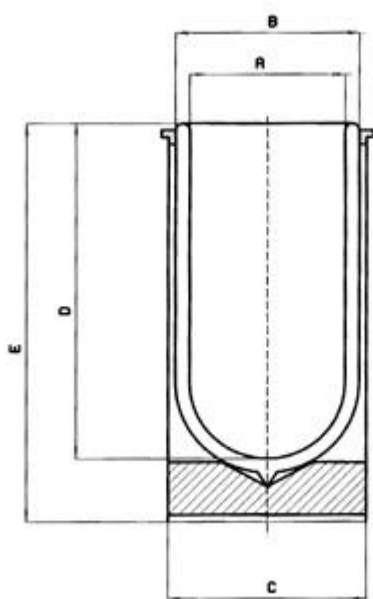
Tijekom ispitivanja korišteni su prethodno umjereni termoparovi tipa S. Termoparovi ovoga tipa upotrebljavaju se obično pri vrlo visokim radnim temperaturama. Visoke su preciznosti te stabilnosti. Radi zaštite termopara od trošenja, potrebno ga je staviti u zaštitnu keramičku cijev. Maksimalna radna temperatura pri kontinuiranoj upotrebi je 1600 °C, a pri kratkotrajnom korištenju 1700 °C.



Slika 17. Termopar tip S

5.2.3. *Termo-posuda*

Posude ovakvog tipa imaju široku mogućnost upotrebe u laboratorijskoj praksi, a namijenjene su za hlađenje manjih uzoraka. Osim leda može služiti za pohranu tekućeg dušika ili suhog leda (CO_2). Napravljena je od borosilikatnog stakla te ima vrlo visoku sposobnost izolacije topline. Tijekom ispitivanja termo-posuda je služila za pohranu leda kako bi referentni termometar konstantno bio na temperaturi od $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Slika 18. Presjek termo posude



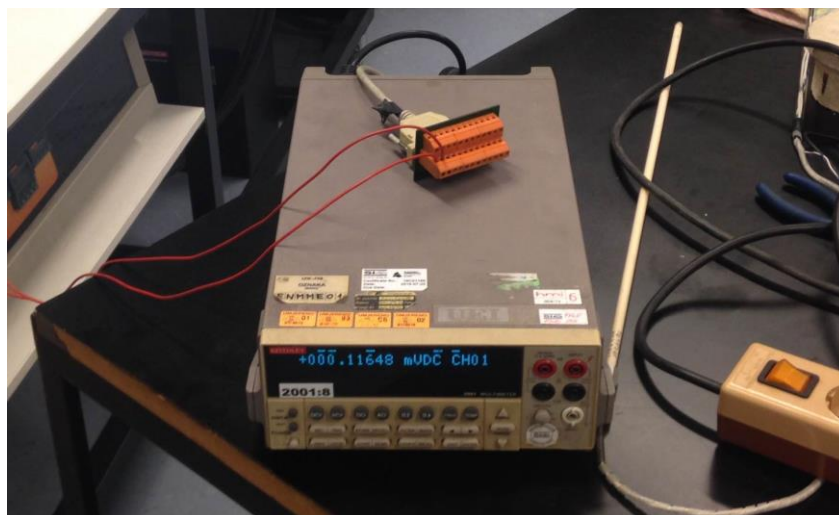
Slika 19. Termo-posuda

5.2.4. *Multimetar*

Multimetar je elektronički mjerni instrument kojim se mogu mjeriti različita elektronička svojstva poput napona, otpora i jačine struje. Za provedbu ispitivanja korišten je digitalni multimetar Kiethley 2001 kojim se mjerio napon generiran uslijed promjena temperature termoparova unutar peći. Mjerno područje ovog modela multimetra je od temperature $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ te od napona $1\text{ }\mu\text{V}$ do 20 V .



Slika 20. Sučelje multimetra



Slika 21. Kiethley 2001

5.2.5. Računalo

Računalo je potrebno zbog korištenja računalnog programa za akviziciju podataka. Funkcija takvog programa je registracija, pohranjivanje, obrada, grafički prikaz i ispis mjerenih podataka. Računalo zaprima informaciju preko multimetra te automatski vrši pretvorbu vrijednosti napona u temperaturu. Program omogućuje korisniku da grafički i numerički prati ispitivanje u realnom vremenu. Zahvaljujući tome korisnik je u mogućnosti procijeniti valjanost ispitivanja te je olakšano donošenje odluka tijekom samog ispitivanja, a i moguće je reagirati, ako se desi nešto krivo.

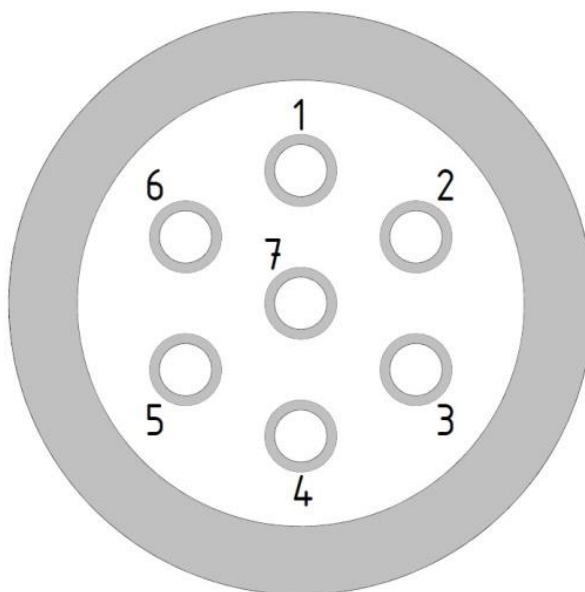
6. POSTUPCI LABORATORIJSKIH ISPITIVANJA

6.1. Ispitivanje temperaturnih gradijenata

Postupak ispitivanja prostornih temperaturnih gradijenata bilo je potrebno provesti na temperaturama 600 °C, 850 °C i 1100 °C.

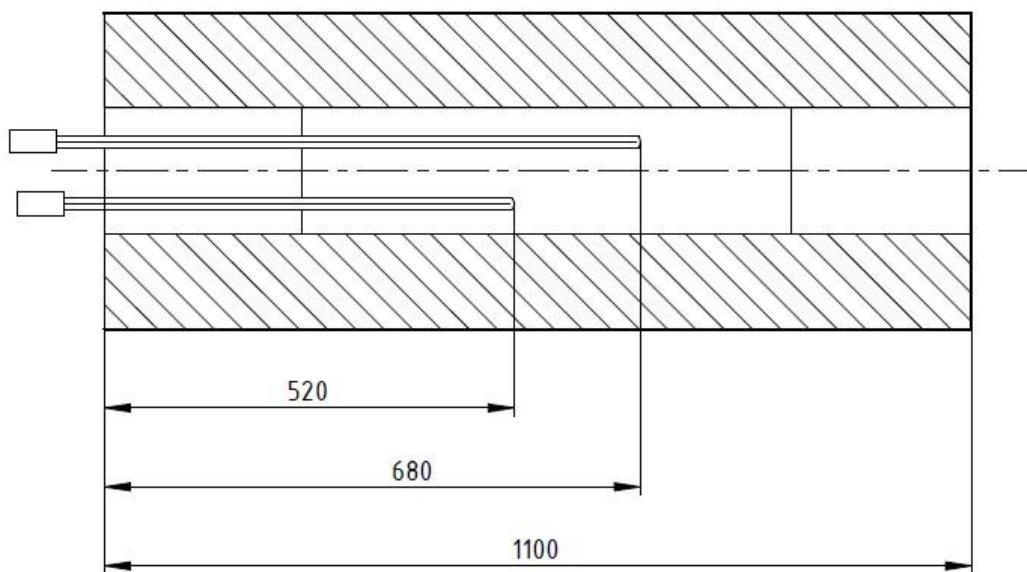
Prvi korak u postupku bila je priprema leda u svrhu ostvarivanja usporedbene temperature termoparova. U termo-posudu se osim leda doda i malo vode kako bi zbog ravnoteže faza bilo sigurno da je temperatura leda jednaka 0 °C.

U peć, odnosno u cijevi 1 i 4 [Slika 20.] postavljaju se termoparovi kako bi bili na najvećoj međusobnoj udaljenosti. Termoparovi su povezani na multimeter, koji mjeri napon, te se računalom prate i bilježe očitavanja.



Slika 22. Presjek izotermalnog bloka s cijevima

Stacionarni termopar, koji služi kao referentni, dug je 570 mm te je postavljen na dubinu 520 mm u peć, u cijev 4. Pomični termopar dug je 740 mm, a postavljen je na dubinu 680 mm u peć, u cijev 1 [Slika 23.].



Slika 23. Početni položaj termoparova u izotermalnom bloku peći

Nakon što se postavi mjerna linija potrebno je upaliti peć te odabrati na njoj željenu temperaturu. Kod svakog mjerenja potrebno je nekoliko sati da peć postigne zadane temperature te se na njima ustabilji. Nakon postignute stabilne temperature moguće je započeti postupak mjerenja. Na računalnom programu LabVIEW 2012 pokreće se kalibriranje te se u periodu od tri minute bilježe očitani naponi, naizmjenice deset puta na jednom pa na drugom termoparu. Zatim računalni program prikazuje prosječne temperature svakog od termoparova unutar tog vremenskog perioda. Time se dobiva rezultat u početnom položaju.

Pomični termopar zatim je potrebno odmaknuti 40 mm prema van, na sljedeću poziciju. Nakon što se termopar u tom položaju drži barem trideset minuta kako bi se ustabilio na novoj temperaturi, provodi se ponovo postupak kalibracije te se dobivaju novi rezultati.

Postupak pomicanja termopara u koracima od 40 mm napravljen je šest puta kako bi se dobilo ukupno sedam očitavanja u prostoru od 240 mm unutar izotermalnog bloka. Pomoću dobivenih rezultata računaju se aksijalni temperaturni gradijenti.

Na petoj poziciji, kada se termopar pomakne ukupno 160 mm, nalazi se točno iznad stacionarnog termopara. U tom položaju razlika temperatura predstavlja radijalni temperaturni gradijent.

Postupak ispitivanja prostornih temperaturnih gradijenata provodi se na svim ispitnim temperaturama na isti način.

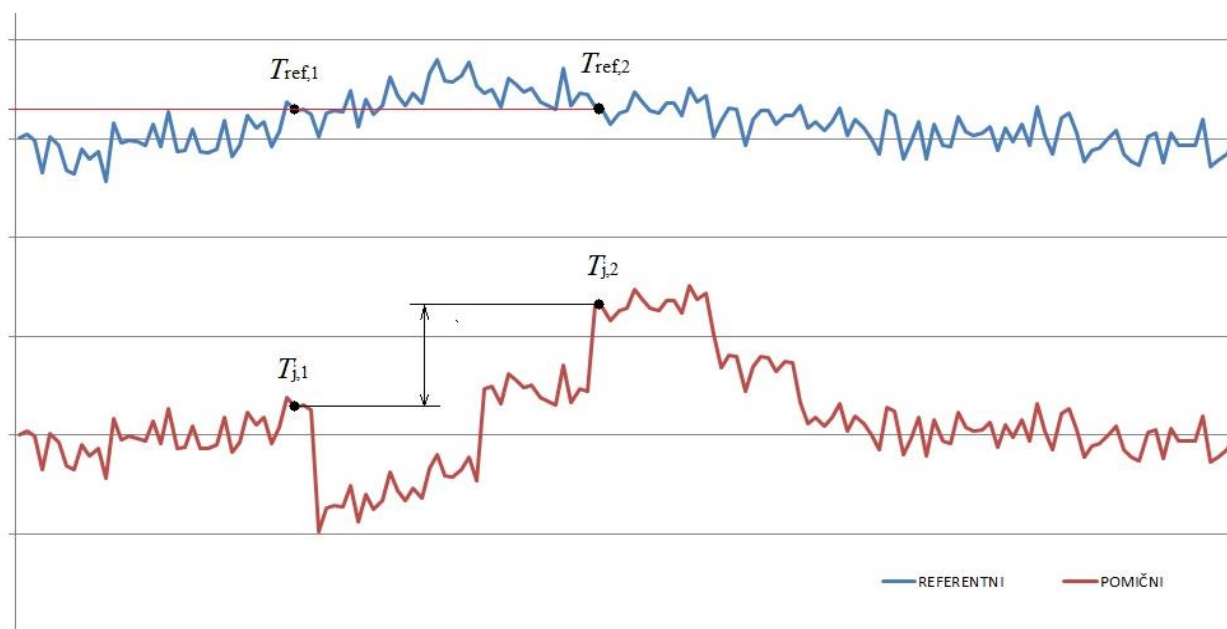
6.1.1. Izračun temperaturnih gradijenata

6.1.1.1. Izračun aksijalnih temperaturnih gradijenata

Kod računanja aksijalnih temperaturnih gradijenata, osim promjene temperature uslijed promjene položaja pomičnog termometra, potrebno je uzeti u obzir i oscilacije temperature radnog volumena peći tijekom vremena. Promjena temperature peći između dva različita mjerenja određena je promjenom temperature referentnog termometra.

Time se može kazati kako je zbroj aksijalnog gradijenta između dvije pozicije unutar radnog volumena peći i promjene temperature referentnog termometra jednak promjeni temperature pomičnog termometra.

$$\text{grad}\vartheta_{A,i} + (T_{\text{ref},2} - T_{\text{ref},1}) = (T_{j,2} - T_{j,1}) \quad (19)$$



Slika 24. Izračun aksijalnog temperaturnog gradijenta

Na slici je prikazan slučaj kada je temperatura referentnog termometra jednaka u oba mjerenja što znači da promjena temperature radnog volumena peći ne utječe na aksijalni gradijent te je on jednak promjeni temperature pomičnog termometra.

Preko izraza (19) može se definirati aksijalni gradijent kao razlika temperatura referentnog i pomičnog termometra između dvaju mjerenja na dvije različite pozicije.

$$\text{grad}\vartheta_{A,i} = (T_{j,2} - T_{j,1}) - (T_{\text{ref},2} - T_{\text{ref},1}) \quad (20)$$

$$\text{grad}\vartheta_{A,i} = (T_{j,2} - T_{\text{ref},2}) - (T_{j,1} - T_{\text{ref},1}) \quad (21)$$

$$\text{grad}\vartheta_{A,i} = |(T_{\text{ref},i+1} - T_{j,i+1}) - (T_{\text{ref},i} - T_{j,i})|; \quad i = 1, \dots, 6 \quad (22)$$

gdje i predstavlja broj mjerenja.

6.1.1.2. Izračun radijalnih temperaturnih gradijenata

Kako se radijalni temperaturni gradijent promatra samo u trenutku kada su oba termometra na istoj razini u peći [Slika 11.], može se prikazati kao razlika temperatura ta dva termometra:

$$\text{grad}\vartheta_R = |T_{\text{ref}} - T_j| \quad (23)$$

6.2. Ispitivanje temperaturne stabilnosti

Postupak ispitivanja temperaturne stabilnosti potrebno je provesti na temperaturama 600 °C i 1100 °C.

Kao i kod ispitivanja temperaturnih gradijenata, prvi korak je priprema leda radi uspostavljanja usporedbene temperature. U led se postavi usporedbeni termometar, a u peć termopar tipa S. Termopar duljine 570 mm postavlja se u izotermalni blok, u cijev 1 [Slika 22.] na dubinu 460 mm. Termoparovi su povezani na multimetar, koji očitava napon, te se preko računala preko prate i bilježe očitavanja.

Nakon što se postavi mjerna linija potrebno je upaliti peć i podesiti je na 600 °C. Kada peć postigne željenu temperaturu treba proći nekoliko sati da se ta temperatura ustabili unutar zone kontrolirane temperature. Stabilna temperatura postiže se kada, prateći određene vremenske intervale, nema više primjetnih temperaturnih oscilacija u vremenu. Tada je potrebno ostaviti peć na stabilnoj temperaturi minimalno pola sata.

Otprilike 6 sati nakon paljenja peći započinje očitavanje vrijednosti temperatura u svrhu određivanja temperaturne stabilnosti za što se odabire interval od pola sata. Preko programa LabVIEW 2012 prate se grafički temperaturne oscilacije te se vrijednosti zapisuju u Excell u intervalima od 4 sekunde.

Isti postupak ispitivanja temperaturne stabilnosti proveden je i na temperaturi 1100 °C.

6.3. Ispitivanje dinamike zagrijavanja

Kod ispitivanja dinamike zagrijavanja potrebno je utvrditi kako se peć zagrijava u vremenu sa sobne temperature na zadanu temperaturu od 600 °C, odnosno na 1100 °C.

Postupak ispitivanja dinamike zagrijavanja prethodio je ispitivanju temperaturne stabilnosti. Nakon što postavi mjerna linija te upalil peć, na računalu preko programa LabVIEW prati se tijekom zagrijavanja peći sa sobne temperature.

Kada peć postigne željenu temperaturu potrebno je određeno vrijeme da se ona ustabili u izotermalnom bloku, nakon čega se može provesti postupak ispitivanja temperaturne stabilnosti.

7. REZULTATI ISPITIVANJA

7.1. Rezultati

Rezultati ispitivanja prostornih temperaturnih gradijenata, temperaturne stabilnosti i dinamike zagrijavanja peći prikazani su u tabličnom te grafičkom obliku.

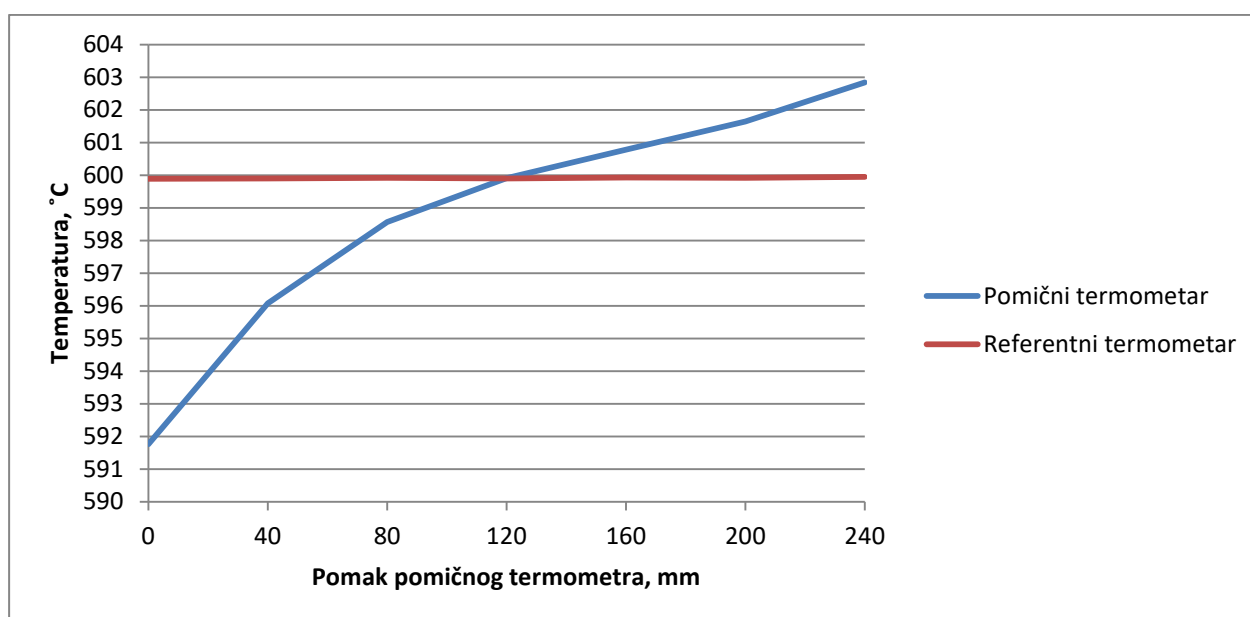
7.1.1. Temperaturni gradijenti

Tablično i grafički prikazano je kako se temperatura pomičnog termometra mijenja u ovisnosti o pomaku koji iznosi 40 mm te koja su u tim trenucima očitavanja referentnog stacionarnog termometra.

7.1.1.1. Očitavanja na 600 °C

Tablica 2. Rezultati mjerenja pri 600 °C

POMAK POMIČNOG TERMOMETRA (mm)	TEMPERATURA POMIČNOG TERMOMETRA (°C)	TEMPERATURA STACIONARNOG TERMOMETRA (°C)
0	591,761	599,893
40	596,074	599,895
80	598,568	599,920
120	599,908	599,896
160	600,781	599,926
200	601,639	599,922
240	602,840	599,946

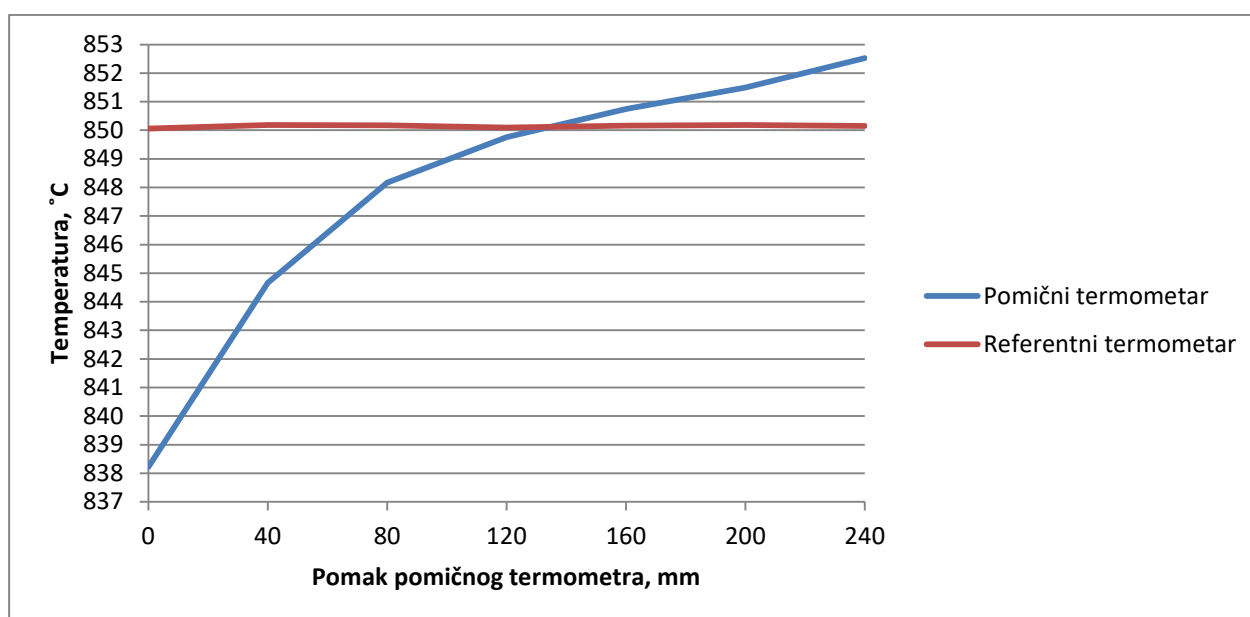


Slika 25. Rezultati mjerenja pri 600 °C

7.1.1.2. Očitavanja na 850 °C

Tablica 3. Rezultati mjerenja pri 850 °C

POMAK POMIČNOG TERMOMETRA (mm)	TEMPERATURA POMIČNOG TERMOMETRA (°C)	TEMPERATURA STACIONARNOG TERMOMETRA (°C)
0	838,219	850,060
40	844,665	850,182
80	848,169	850,173
120	849,758	850,098
160	850,744	850,156
200	851,498	850,184
240	852,528	850,153

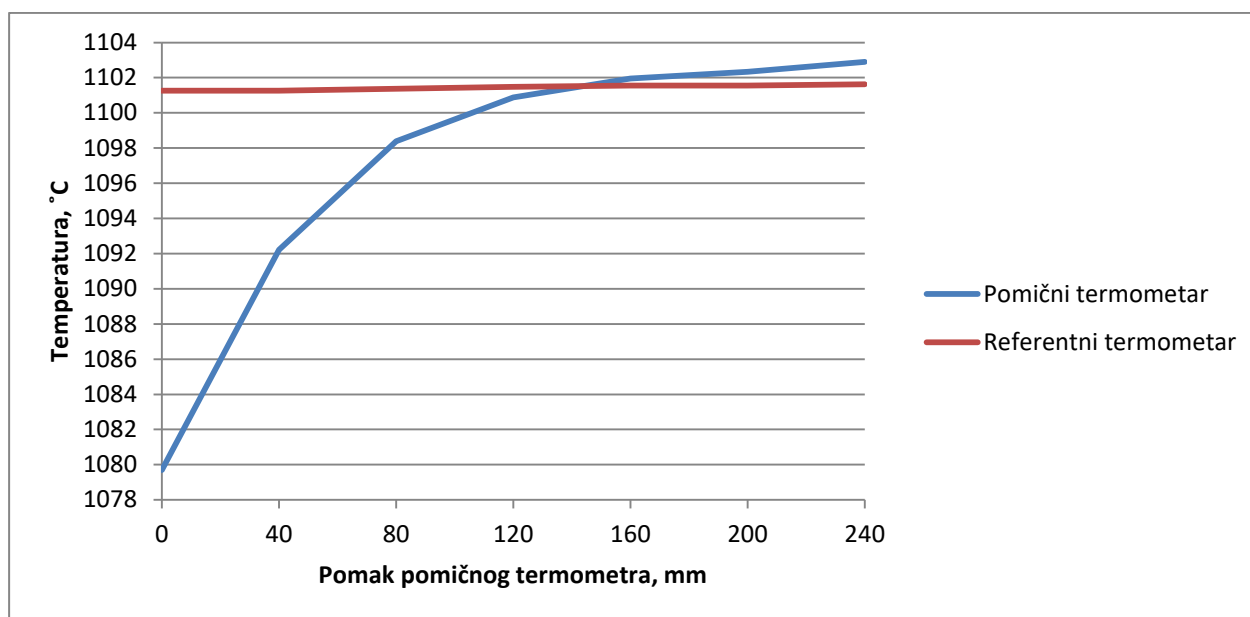


Slika 26. Rezultati mjerenja pri 850 °C

7.1.1.3. Očitavanja na 1100 °C

Tablica 4. Rezultati mjerenja pri 1100 °C

POMAK POMIČNOG TERMOMETRA (mm)	TEMPERATURA POMIČNOG TERMOMETRA (°C)	TEMPERATURA STACIONARNOG TERMOMETRA (°C)
0	1079,699	1101,255
40	1092,216	1101,266
80	1098,379	1101,378
120	1100,887	1101,487
160	1101,953	1101,552
200	1102,343	1101,550
240	1102,893	1101,631



Slika 27. Rezultati mjerenja pri 1100 °C

7.1.1.4. Aksijalni temperaturni gradijenti

Aksijalni temperaturni gradijenti računaju se prema formuli (19) kako je to prikazano na primjeru prvog gradijenta izračunatog pri temperaturi 600 °C:

$$\text{grad}\vartheta_{A,600,1} = |(T_{\text{ref},2} - T_{j,2}) - (T_{\text{ref},1} - T_{j,1})|$$

$$\text{grad}\vartheta_{A,600,1} = |(599,895 - 596,074) - (599,893 - 591,761)|$$

$$\text{grad}\vartheta_{A,600,1} = 4,311 \text{ °C}$$

Na isti način računati su ostali aksijalni gradijenti što je prikazano u tablici:

Tablica 5. Aksijalni gradijenti

GRADIJENT	600 °C	850 °C	1100 °C
1	4,311	6,324	12,506
2	2,469	3,513	6,051
3	1,364	1,664	2,399
4	0,843	0,928	1,001

5	0,862	0,726	0,392
6	1,177	1,061	0,469

7.1.1.5. Radijalni temperaturni gradijenti

Radijalni temperaturni gradijenti računaju se prema formuli (20) u trenutku kada je pomični termometar pomaknut za 160 mm te se nalazi na istoj dubini kao i referentni.

$$\text{grad}\vartheta_{R,600} = |599,926 - 600,781|$$

$$\text{grad}\vartheta_{R,600} = 0,855 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{grad}\vartheta_{R,850} = |850,156 - 850,744|$$

$$\text{grad}\vartheta_{R,850} = 0,588 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$\text{grad}\vartheta_{R,1100} = |1101,552 - 1101,953|$$

$$\text{grad}\vartheta_{R,1100} = 0,401 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

7.1.2. Temperaturna stabilnost

7.1.2.1. Temperaturna stabilnost na 600 °C

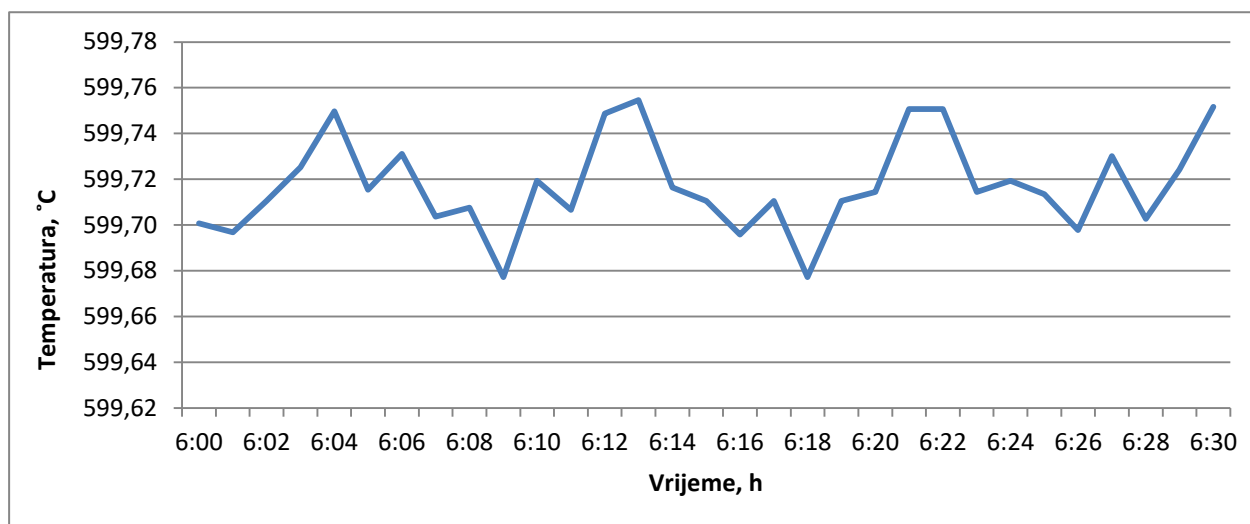
Nakon nepuna tri sata peć se sa sobne temperature zagrijala na temperaturu od 599 °C. Temperatura mjernog uređaja povećava se asimptotski prema 600 °C s vrlo sporim porastom temperature, odnosno vrlo malim gradijentom nakon postignutih 599 °C. Bilo je potrebno još pričekati sat vremena da se dosegne temperatura od 599,7 °C oko koje će daljnja mjerenja konstantno oscilirati. Kako se u određenim vremenskim intervalima više nije zapažao temperaturni gradijent, nakon šest sati od paljenja peći započelo je mjerenje temperaturne stabilnosti u trajanju od trideset minuta.

Rezultati u tabličnom i grafičkom obliku u intervalima od jedne minute:

Tablica 6. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C

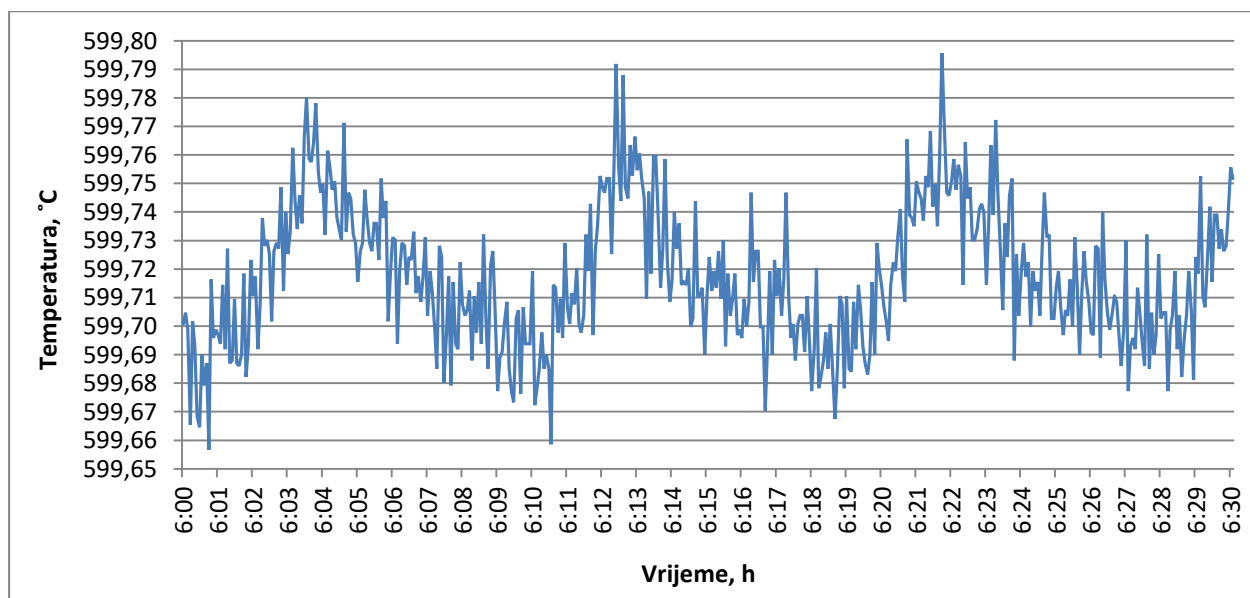
VRIJEME (od paljenja peći)	TEMPERATURA (°C)
6:00:00	599,701
6:01:00	599,697
6:02:00	599,711
6:03:00	599,725
6:04:00	599,750
6:05:00	599,715
6:06:00	599,731
6:07:00	599,704
6:08:00	599,708
6:09:00	599,677
6:10:00	599,719
6:11:00	599,707
6:12:00	599,749
6:13:00	599,755
6:14:00	599,716
6:15:00	599,711
6:16:00	599,696
6:17:00	599,711
6:18:00	599,677
6:19:00	599,711
6:20:00	599,714
6:21:00	599,751
6:22:00	599,751
6:23:00	599,714
6:24:00	599,719
6:25:00	599,713
6:26:00	599,698
6:27:00	599,730

6:28:00	599,703
6:29:00	599,724
6:30:00	599,752



Slika 28. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C

Točniji grafički prikaz bio bi onaj sa zapisom temperature u intervalima od četiri sekunde:



Slika 29. Precizniji zapis mjerenja temperaturne stabilnosti pri 600 °C

Iz njega je moguće točnije očitati temperaturne minimume i maksimume postignute u intervalu od trideset minuta. Na apscisama grafova prikazano je vrijeme u satima od trenutka kada je peć upaljena, a na ordinati su prikazane temperature u Celzijevim stupnjevima. Maksimalna postignuta temperatura za vrijeme mjerenja temperaturne stabilnosti je 599,796°C, a minimalna postignuta iznosi 599,657 °C.

7.1.2.2. Temperaturna stabilnost na 1100 °C

Kao i kod ispitivanja pri temperaturi od 600 °C bilo je potrebno manje od tri sata da se peć zagrije na temperaturu 1100 °C. Temperatura se još neko vrijeme podizala na otprilike 1100,90 °C oko čega je nastavila oscilirati. Pri ovoj znatno višoj temperaturi mogle su se primijetiti i znatnije temperaturne oscilacije.

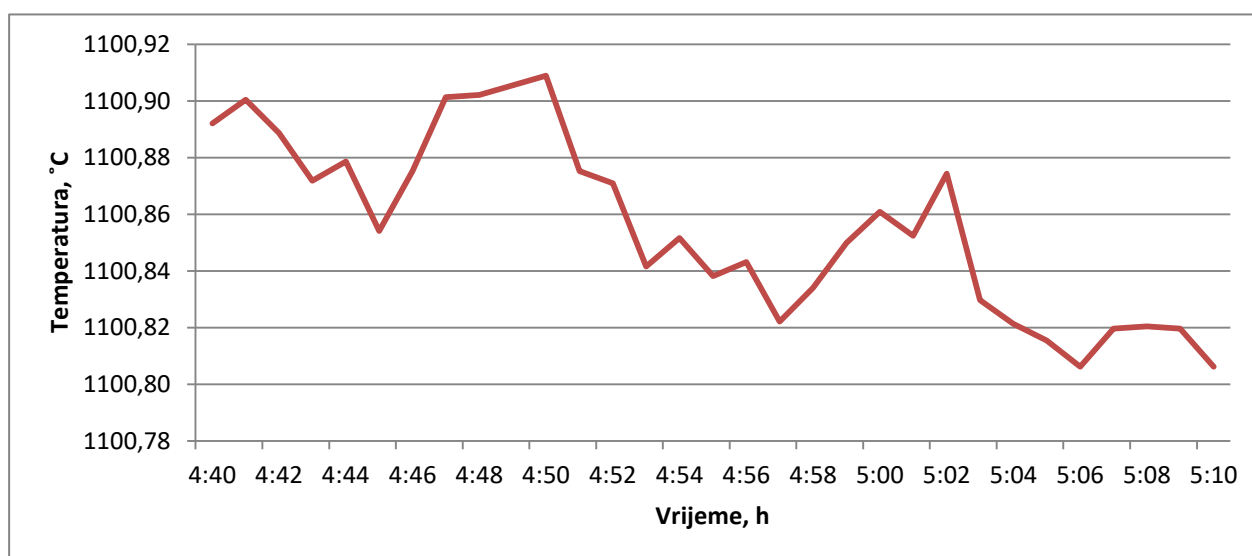
Maksimalna postignuta temperatura kod ovog mjerenja temperaturne stabilnosti bila je 1100,927°C, dok je minimalna iznosila 1100,799°C

Podaci mjerenja prikupljeni su i prikazani na isti način kao i pri nižoj temperaturi:

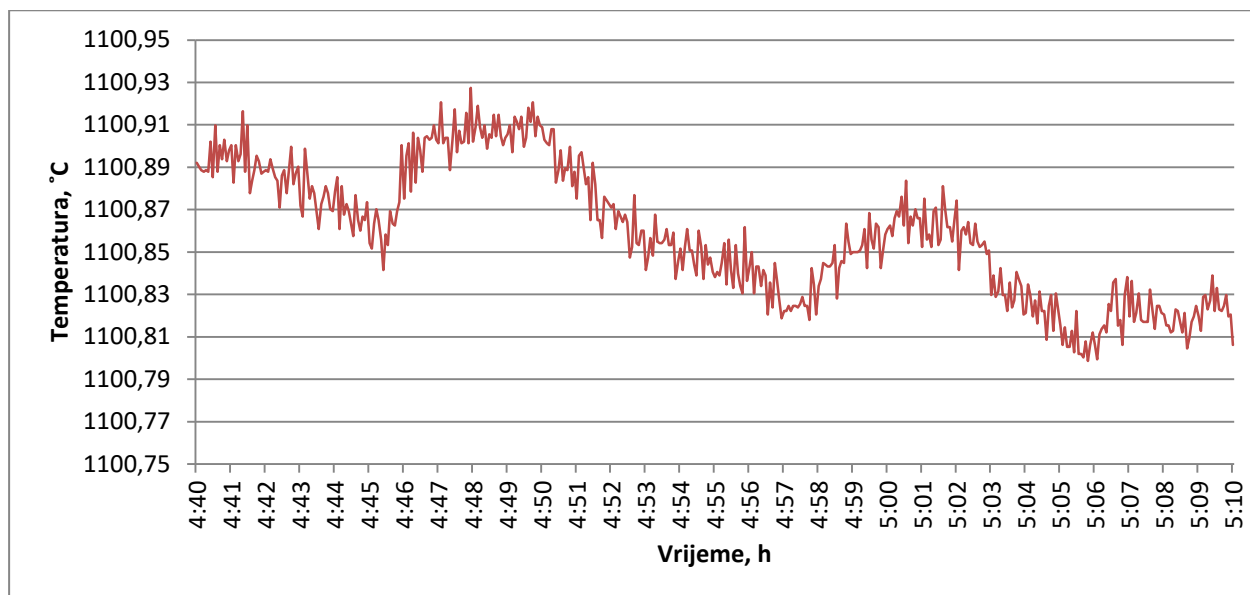
Tablica 7. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 1100 °C

VRIJEME (od paljenja peći)	TEMPERATURA (°C)
4:40:00	1100,892
4:41:00	1100,900
4:42:00	1100,889
4:43:00	1100,872
4:44:00	1100,879
4:45:00	1100,854
4:46:00	1100,875
4:47:00	1100,901
4:48:00	1100,902
4:49:00	1100,905
4:50:00	1100,909
4:51:00	1100,875

4:52:00	1100,871
4:53:00	1100,842
4:54:00	1100,852
4:55:00	1100,838
4:56:00	1100,843
4:57:00	1100,822
4:58:00	1100,834
4:59:00	1100,850
5:00:00	1100,861
5:01:00	1100,852
5:02:00	1100,874
5:03:00	1100,830
5:04:00	1100,821
5:05:00	1100,815
5:06:00	1100,806
5:07:00	1100,820
5:08:00	1100,820
5:09:00	1100,820
5:10:00	1100,806



Slika 30. Rezultati mjerenja temperaturne stabilnosti pri 1100 °C



Slika 31. Precizniji zapis mjerenja temperature stabilnosti pri 1100 °C

7.1.3. Dinamika zagrijavanja

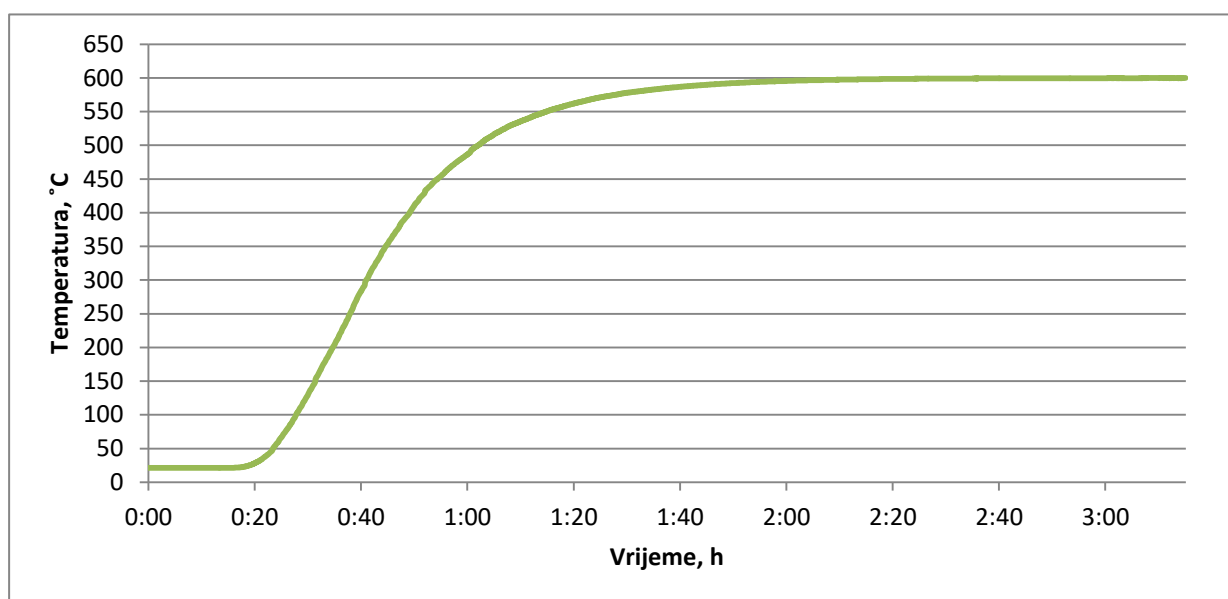
Kod ispitivanja dinamike zagrijavanja pratilo se povećanje temperature kroz vrijeme od sobne do tražene temperature. Rezultati su zabilježeni u tabličnom i grafičkom obliku. U oba ispitivanja može se uočiti asimptotsko približavanje traženoj temperaturi. Smanjenjem temperaturne razlike smanjuje se i temperaturni gradijent. Upravo zato može se uočiti brži porast temperature kod ispitivanja dinamike zagrijavanja na 1100 °C.

7.1.3.1. Dinamika zagrijavanja do 600 °C

Tablica 8. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 600 °C

VRIJEME (od paljenja peći)	TEMPERATURA (°C)
0:00:00	21,38194
0:10:00	21,414095
0:20:00	28,368567
0:30:00	130,694873
0:40:00	283,786651
0:50:00	410,451142

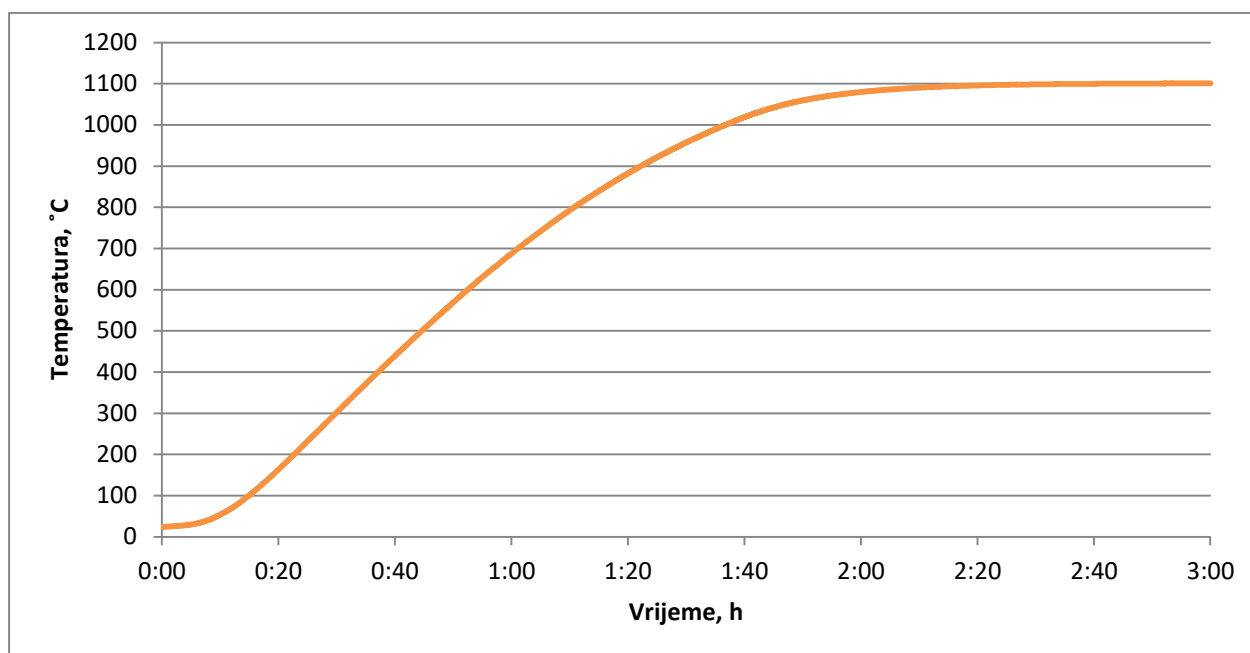
1:00:00	486,492591
1:10:00	535,573427
1:20:00	561,979372
1:30:00	577,847878
1:40:00	586,730134
1:50:00	592,235906
2:00:00	595,463953
2:10:00	597,335554
2:20:00	598,408621
2:30:00	599,019965
2:40:00	599,343227
2:50:00	599,508763
3:00:00	599,649806
3:10:00	599,702695
3:20:00	599,685065
3:30:00	599,681148
3:40:00	599,776151
3:50:00	599,752645
4:00:00	599,783986



Slika 32. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 600 °C

7.1.3.2. Dinamika zagrijavanja do 1100 °C**Tablica 9. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 1100 °C**

VRIJEME (od paljenja peći)	TEMPERATURA (°C)
0:00:00	23,982367
0:10:00	53,922731
0:20:00	163,608131
0:30:00	302,441202
0:40:00	439,503793
0:50:00	569,272793
1:00:00	687,771971
1:10:00	792,844358
1:20:00	882,438741
1:30:00	957,208517
1:40:00	1018,945919
1:50:00	1059,551894
2:00:00	1079,920158
2:10:00	1090,395712
2:20:00	1095,707859
2:30:00	1098,412592
2:40:00	1099,743498
2:50:00	1100,432327
3:00:00	1100,732907



Slika 33. Rezultati mjerenja dinamike zagrijavanja do 1100 °C

7.2. Doprinos ukupnoj mjernoj nesigurnosti

Koristeći formule (13) do (17) računa se utjecaj prostornih temperaturnih gradijenata te temperaturne stabilnosti na ukupnu mjernu nesigurnost. Postupak je prikazan za ispitnu temperaturu 600 °C.

Utjecaj prostornih temperaturnih gradijenata:

$$\text{grad}_A = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |4,331|$$

$$\text{grad}_A = 2,4890 \text{ K}$$

$$\text{grad}_R = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |0,855|$$

$$\text{grad}_R = 0,4936 \text{ K}$$

$$\text{homogenost} = \sqrt{\text{grad}_A^2 + \text{grad}_R^2}$$

$$\text{homogenost} = 2,5375 \text{ K}$$

Utjecaj temperaturne stabilnosti:

$$\text{stabilnost} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |599,796 - 599,657|$$

$$\text{stabilnost} = 0,1390 \text{ K}$$

Ukupna mjerna nesigurnost peći pri ispitnoj temperaturi 600 °C:

$$u = \sqrt{2,5375^2 + 0,139^2}$$

$$u = 2,5413 \text{ K}$$

Na temelju prikazanog proračuna radi se tablica za sve ispitne temperature.

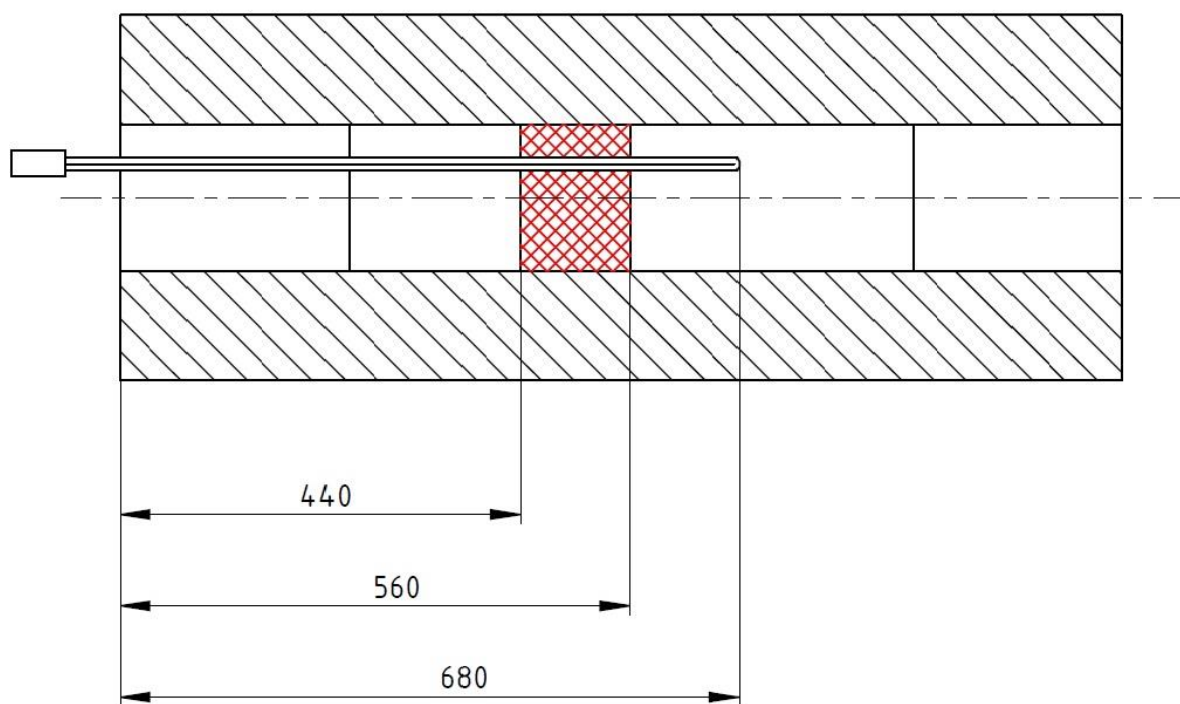
Tablica 10. Ukupna mjerna nesigurnost peći pri ispitnim temperaturama

	600°C	1100°C
Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata [K]	2,4890	12,5060
Nesigurnost zbog radijalnih gradijenata [K]	0,4936	0,2315
Nesigurnost zbog temperaturne stabilnosti [K]	0,1390	0,0739
Ukupna mjerna nesigurnosti [K]	2,5413	12,5084

7.3. Zona za umjeravanje termoparova

Na temelju podataka dobivenih ispitivanjem uočava se značajna temperaturna nehomogenost duž zone kontrolirane temperature. Zaključuje se kako cijelo područje, od početnog (0 mm) do krajnjeg položaja pomičnog termometra (240 mm), nije moguće koristiti za umjeravanje termoparova.

Analizirajući izračunate aksijalne temperaturne gradijente [Tablica 5.] može se preporučiti umjeravanje termoparova unutar manje zone [Slika 34.]. Na udaljenosti između 120 mm i 240 mm od početnog položaja pomičnog termometra javljaju se značajno manji temperaturni gradijenti.



Slika 34. Zona za umjeravanje termoparova

Na slici je prikazan početni položaj pomičnog termometra unutar izotermalnog bloka te zona homogene temperature u kojoj će se odvijati umjeravanje termoparova.

7.3.1. Ukupna mjerna nesigurnost unutar zone za umjeravanje termoparova

Za izračun ukupne mjerne nesigurnosti unutar definirane zone u kojoj će se odvijati umjeravanje termoparova relevantni su aksijalni temperaturni gradijenti na tom području [Tablica 11.]. S obzirom da su radijalni gradijenti izmjereni unutar ovog područja, vrijedit će prethodno izračunat njihov doprinos ukupnoj mjernoj nesigurnosti.

Tablica 11. Aksijalni gradijenti unutar zone za umjeravanje

GRADIJENT	600 °C	850 °C	1100 °C
4	0,843	0,928	1,001
5	0,862	0,726	0,392
6	1,177	1,061	0,469

Tablica 12. Radijalni gradijenti unutar zone za umjeravanje

	600 °C	850 °C	1100 °C
GRADIJENT	0,855	0,588	0,401

Doprinos ukupnoj mjernoj nesigurnosti računa se na isti način kao za cijelo područje ispitivanja. Postupak je prikazan za ispitnu temperaturu 600 °C.

Utjecaj prostornih temperaturnih gradijenata:

$$\text{grad}_A = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |1,177|$$

$$\text{grad}_A = 0,6795 \text{ K}$$

$$\text{grad}_R = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |0,855|$$

$$\text{grad}_R = 0,4936 \text{ K}$$

$$\text{homogenost} = \sqrt{\text{grad}_A^2 + \text{grad}_R^2}$$

$$\text{homogenost} = 0,8399 \text{ K}$$

Utjecaj temperaturne stabilnosti:

$$\text{stabilnost} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot |599,796 - 599,657|$$

$$\text{stabilnost} = 0,1390 \text{ K}$$

Ukupna mjerna nesigurnost peći pri ispitnoj temperaturi 600 °C:

$$u = \sqrt{0,8399^2 + 0,139^2}$$

$$u = 0,8513 \text{ K}$$

Na temelju prikazanog proračuna radi se tablica za sve ispitne temperature.

Tablica 13. Ukupna mjerna nesigurnost zone za umjeravanje termoparova

	600°C	1100°C
Nesigurnost zbog aksijalnih gradijenata [K]	0,6795	0,5779
Nesigurnost zbog radijalnih gradijenata [K]	0,4936	0,2315
Nesigurnost zbog temperaturne stabilnosti [K]	0,1390	0,0739
Ukupna mjerna nesigurnosti [K]	0,8513	0,6269

8. ZAKLJUČAK

Ispitivanje visokotemperaturne termometrijske peći (Carbolite GZF 12/910) uspješno je provedeno u Laboratoriju za procesna mjerenja na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Rezultati ispitivanja pokazali su velika odstupanja temperatura u aksijalnom smjeru unutar peći. To navodi na zaključak kako je zona homogene temperature vrlo mala. Mogući razlog tome je neujednačeno grijanje sporednih grijača ili loša regulacija. U radijalnom smjeru rezultati ispitivanja pokazuju mnogo manja odstupanja temperature pomičnog termometara u odnosu na referentni.

Problem velike ukupne mjerne nesigurnosti moguće je riješiti smanjenjem zone za umjeravanje termoparova. Rezultati unutar nove definirane zone pokazuju mnogo manji utjecaj aksijalnih temperaturnih gradijenata na ukupnu mjernu nesigurnost. Na temelju prikupljenih podataka može se zaključiti kako će peć biti prikladna za umjeravanje termoparova, ukoliko će se umjeravanja odvijati u manjem području unutar izotermalnog bloka.

Podaci iskazani u Završnom radu moći će se iskoristiti u svakodnevnom radu laboratorija za procjenu mjerne nesigurnosti prilikom umjeravanja termoparova.

LITERATURA

- [1] Calibration of Temperature and / or Humidity Controlled Enclosures, EURAMET, 2015.
- [2] Drnovšek, J., Bojkovski, J., Pušnik, I.: A general procedure for evaluation of calibration baths in precision temperature measurements, 1997.
- [3] Calibration of Climatic Chambers, Deutscher Kalibrierdienst, 2009.
- [4] Galović, A.: Termodinamika I, FSB, Zagreb, 2013.
- [5] Laboratory & Industrial Ovens & Furnaces, Carbolite
- [6] Zvizdić, D.: Toplinska i procesna mjerenja, podloge za predavanja, FSB
- [7] Vrednovanje mjernih podataka – Upute za iskazivanje mjerne nesigurnosti, Državni zavod za mjeriteljstvo, 2008.
- [8] Zaimović-Uzunović, N.: Mjerna tehnika, Mašinski fakultet, Zenica, 2006.
- [9] REOTEMP Instruments Corporation, <http://www.thermocoupleinfo.com/>
- [10] Veliki, T.: Razvoj primarnog etalona temperature s novom metodom prenošenja sljedljivosti, doktorska disertacija, FSB, Zagreb, 2011.

PRILOZI

I. CD-R disc